



«УТВЕРЖДАЮ»

ООО "НИИХром"

Румянцев А.Д.

«2» августа 2008 г.

М.П.

Руководство по эксплуатации программного обеспечения

«Z-Lab»

СИЕН.423531 ПО

Номер версии ПО 2.8.0.67

СОДЕРЖАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ	2
ВВЕДЕНИЕ	4
НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	
.....3	
КОМПЛЕКТНОСТЬ ПОСТАВКИ.	4
ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ УСТРОЙСТВА И ПРОГРАММЫ.	5
МИНИМАЛЬНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К КОМПЬЮТЕРУ.	6
ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ "Z-LAB": ПОНЯТИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ.	7
ПОНЯТИЕ МЕТОДА	7
СТРУКТУРА КАТАЛОГОВ ПРОГРАММЫ «Z-LAB»	8
УСТАНОВКА ПРОГРАММЫ	10
РАБОТА С ПРОГРАММОЙ.	11
ЗАПУСК И ПЕРВИЧНАЯ НАСТРОЙКА ПРОГРАММЫ.	11
ПАСПОРТ	15
ПРИМЕР 1	18
СНЯТИЕ ХРОМАТОГРАММЫ	19
ПРИМЕР 2	23
РАЗМЕТКА	26
ПРИМЕР 3.	30
<i>Ручная разметка</i>	31
Удаление пика	34
Добавление пика	34
Редактирование пика	35
Разбиение и объединение пиков, выделение наездника	35
Инвертирование, вырезание, убиение дрейфа	35
ПРИМЕР 4.	35
Использование ручной разметки как автоматической.	41
ИДЕНТИФИКАЦИЯ И ГРАДУИРОВКА	43
<i>Первичная настройка таблицы идентификации</i>	46
<i>Режимы градуировки</i>	47
Прямой ввод коэффициентов (режим «Коэффициент»)	47
Одноточечная калибровка	48
Порядок проведения одноточечной градуировки	48
Многоточечная градуировка	48
Порядок проведения многоточечной градуировки	53

Стандарт	54
Порядок проведения градуировки по методу стандарта	54
ПРИМЕР 5	55
АРХИВ	65
ПРИМЕР 7	68
НАСТРОЙКА	71
ПРИМЕР 8	71
РИСУНОК	76
ПРИМЕР 9	77
РЕЗУЛЬТАТ	80
Методы обработки	82
Абсолютная градуировка	83
Нормализация (Интегратор)	83
Внутренняя нормализация	83
Внутренний стандарт	84
Определение предела детектирования	84
Среднее по компонентам	84
Конденсат	84
Определение шума	84
Получение результата по сериям	84
ПРИМЕР 10	85
Результат и метод. Взгляд изнутри	91
РАБОТА С ПРОГРАММОЙ «ПОВЕРКА»	95
АЛГОРИТМЫ	100
АЛГОРИТМЫ ФИЛЬТРАЦИИ	100
Фильтр выбросов	100
Медианный фильтр	101
Фильтр Гаусса	102
АЛГОРИТМ РАЗМЕТКИ НА ПИКИ	104
АЛГОРИТМ ИДЕНТИФИКАЦИИ КОМПОНЕНТОВ	108
АЛГОРИТМ РАСЧЕТА ФЛУКТУАЦИОННЫХ ШУМОВ	113
АЛГОРИТМ РАСЧЕТА СТАТИСТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПАРАМЕТРОВ ПИКОВ	114
ОШИБОЧНЫЕ И СБОЙНЫЕ СИТУАЦИИ	115
ЮРИДИЧЕСКИЕ ПРАВА И ОБЯЗАННОСТИ	117
ГАРАНТИИ И ОБЯЗАТЕЛЬСТВА	117
КОНТАКТНЫЕ ДАННЫЕ ИЗГОТОВИТЕЛЯ	118

Введение

Мы благодарим Вас за то, что Вы выбрали программное обеспечение Z-lab, и надеемся, что Вы оцените простоту использования программы, ее гибкость и широту настроек. Прикладное программное обеспечение «Z-Lab» (в дальнейшем ПО «Z-Lab», программа) служит для реализации взаимодействия пользователя и подключаемого устройства (хроматографа, аналого-цифрового преобразователя) под управлением операционных систем Windows 7, Windows 8.1 и выше.

В данном руководстве описываются принципы работы с программой, описание всех режимов работы, по каждому из которых рассматриваются примеры, которые Вы можете повторять, используя архивные хроматограммы, копируемые на ваш компьютер при установке программного обеспечения. Описание режимов работы составлено по следующему принципу: вначале – описание возможностей режима (для чего он, собственно говоря, предназначен), затем общее описание его инструментов, а затем детальное рассмотрение порядка работы, с использованием примеров.

Назначение и область применения

Программа предназначена для:

- 1) взаимодействия хроматографа и персонального компьютера (ПК), посредством приема и обработки данных, поступающих от хроматографа;
- 2) возможность снятия и записи хроматограммы в память ПК;
- 3) разметку хроматограммы в ручном и автоматическом режимах;
- 4) идентификацию хроматографических пиков;
- 5) процесс подбора коэффициентов для расчета концентраций (градуировку);
- 6) получение отчета о сделанном хроматографическом анализе в соответствии с выбранным методом обработки хроматограммы.

Области применения хроматографа: анализ биологических объектов в научно-исследовательских и медицинских лабораториях.

Комплектность поставки.

В комплект приобретенного Вами оборудования входит:

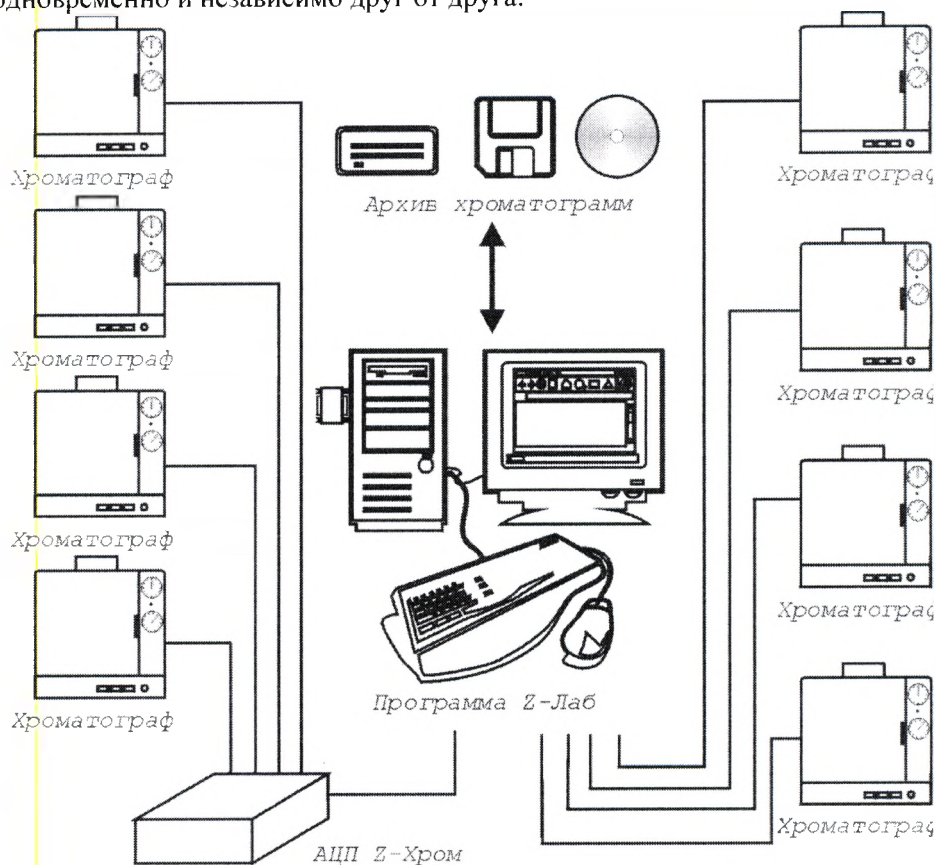
- компакт-диск с программным обеспечением «Z-Lab» версия 2.8.0.67
- инструкции пользователя по работе с программой (актуализация 10.09.2014 г.) и приобретенным устройством.

Взаимодействие устройства и программы.

Программа позволяет активно работать с несколькими моделями хроматографов (с возможностью управления прибором из программы) и пассивно с АЦП (аналого-цифрового преобразователем). Сигнал от хроматографа по кабелю, поставляемому изготовителем, поступает в ЭВМ, с установленным на нем ПО «Z-Lab», по стандартному интерфейсу RS-232C или USB.

Каждый современный компьютер имеет, по крайней мере, два последовательных интерфейса типа RS-232C (другое, более употребительное обозначение COM 1 или COM 2) или 2 порта USB.

Программа обеспечивает прием данных со всех COM-портов, определяемых системой Windows. Таким образом, к одной ЭВМ может быть подключено до 4 хроматографов с использованием только лишь АЦП. При этом работа со всеми хроматографами может происходить одновременно и независимо друг от друга.



Минимальные требования к компьютеру.

Подключаемый к хроматографу персональный компьютер должен удовлетворять некоторым требованиям по минимальной конфигурации, а именно:

- 32-разрядный (x86) или 64-разрядный (x64) процессор с тактовой частотой 1 гигагерц (ГГц) или выше;
- 1 гигабайт (ГБ) (для 32-разрядной системы) или 2 ГБ (для 64-разрядной системы) оперативной памяти (ОЗУ);
- 16 ГБ (для 32-разрядной системы) или 20 ГБ (для 64-разрядной системы) пространства на жестком диске;
- совместимость с операционной системой Windows 7 и выше.

При желании пользователя можно выводить отчеты в виде документов Word и Excel. Для этого на компьютере должен быть установлен пакет Microsoft Office версии не ниже '97. При отсутствии данных программ на ЭВМ отчеты можно выводить в текстовые редакторы «Notepad» (или «Блокнот») и «WordPad», входящие в стандартную поставку Windows.

Программное обеспечение "Z-Lab":

понятия и определения.

Сигнал, поступающий с хроматографа или АЦП в ЭВМ обрабатывается программой «Z-Lab». Программа «Z-Lab» обеспечивает интерфейс с пользователем и позволяет снимать хроматограмму, выполнять обработку и выводить файл результата в удобном для пользователя виде.

Программа способна работать одновременно со всеми типами подключаемых устройств без снижения производительности работы.

Понятие метода

Метод — совокупность настроек параметров для решения хроматографической задачи. Программа «Z-Lab» поддерживает до 16 методов, каждый из которых располагается в отдельном окне на экране ЭВМ (по желанию пользователя количество методов может быть уменьшено).

Каждый метод содержит номер СОМ-порта, номер канала (или тип источника), параметры разметки и идентификации и градуировки для данного хроматографического анализа.

Возможно использование для одного хроматографа более одного метода. В случае, если на одном хроматографе производится анализ массовой концентрации этанола с крови, мочи и слюны, один метод может использоваться при качественном анализе (т.е. используются свои параметры разметки, идентификации, длительности хроматограммы и пр.), а при количественном анализе — другой метод.

В методе записывается вся необходимая информация для сбора и обработки данных, объединенная в нескольких разделах:

Управление. Содержит номер СОМ – порта, номер канала, длительность хроматограммы.

Паспорт. Представляет собой ярлык, прикрепляемый к хроматограмме и содержащий информацию о дате и времени съема хроматограммы, ее длительности, пробе и т.д. Дает пользователю возможность записать и сохранить собственные примечания к снятой хроматограмме.

Параметры разметки - включают в себя информацию, необходимую для автоматической разметки хроматограммы на пики.

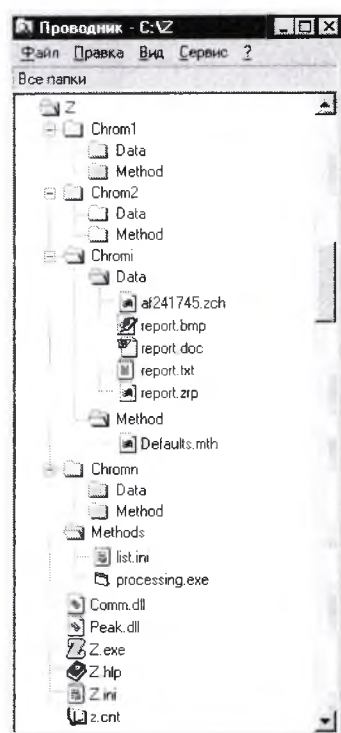
Параметры идентификации и Таблица градуировки – данные, на основании которых выделяются и обрабатываются компоненты из размеченных пиков для конкретного анализа на данном хроматографе.

Кроме того, вся эта информация записывается и в файле хроматограммы (там же сохраняются и параметры ручной разметки, которые в методе не

сохраняются), но параметры метода автоматически могут применяться ко всем хроматограммам, снятым в методе. Параметры архивной хроматограммы в принципе можно применить к любому методу, открыв ее в этом методе и сохранив его применительно к данной хроматограмме.

Структура каталогов программы «Z-Lab»

Структура каталогов программы «Z-Lab», если посмотреть на нее с помощью Проводника Windows, представляет собой следующую иерархию:



В главной директории находятся файлы, необходимые для работы программы:

- Zlab.exe** – основной исполняемый файл;
- ZLab.dll** – файлы библиотек функций;
- Z.hlp** и **Z.cnt** – файлы справок программы;
- Z.ini** - файл настроек программы.

В главной папке находится поддиректория **Methods**, содержащая файлы обработки результата и получения отчета – исполняемые файлы (*.exe) и обязательный файл **list.ini**, в котором находятся строки, описывающие исполняемые файлы (см. раздел «Результат и метод. Взгляд изнутри»).

Установка программы

При установке прилагаемого диска с программным обеспечением «Z-Lab» программа автозапуска выводит на экран приветственное окно.

Выберите пункт «Установка программы Z-Lab» и щелкните мышкой.

Внимательно прочтите всю информацию, представленную на следующих экранах, и, следуя указаниям, завершите процесс установки.

Программа автоматически сформирует на рабочем столе Вашего компьютера ярлык для последующего запуска программы.

Если на Вашем компьютере отключена функция автозапуска, Вы не сможете увидеть окно программы установки. В этом случае нажмите кнопку «Пуск», выберите пункт «Выполнить» и в командной строке введите: F:\ZLab\setup.exe, где F- имя диска, содержащего программу установки.

Помимо программ, на диске в электронном виде записана вся необходимая для работы документация в формате pdf. Для ее просмотра Вам потребуется программа Acrobat версии не ниже 4.05. Если на Вашем компьютере нет этой программы, Вы можете установить ее с диска с программным обеспечением Z-lab.

Работа с программой.

Запуск и первичная настройка программы.

Запустите программу, щелкнув два раза мышкой на ярлыке программы Z-lab, который появляется у Вас на рабочем столе после установки.

После загрузки программы на экране появляется главное окно программы «Z-Lab».

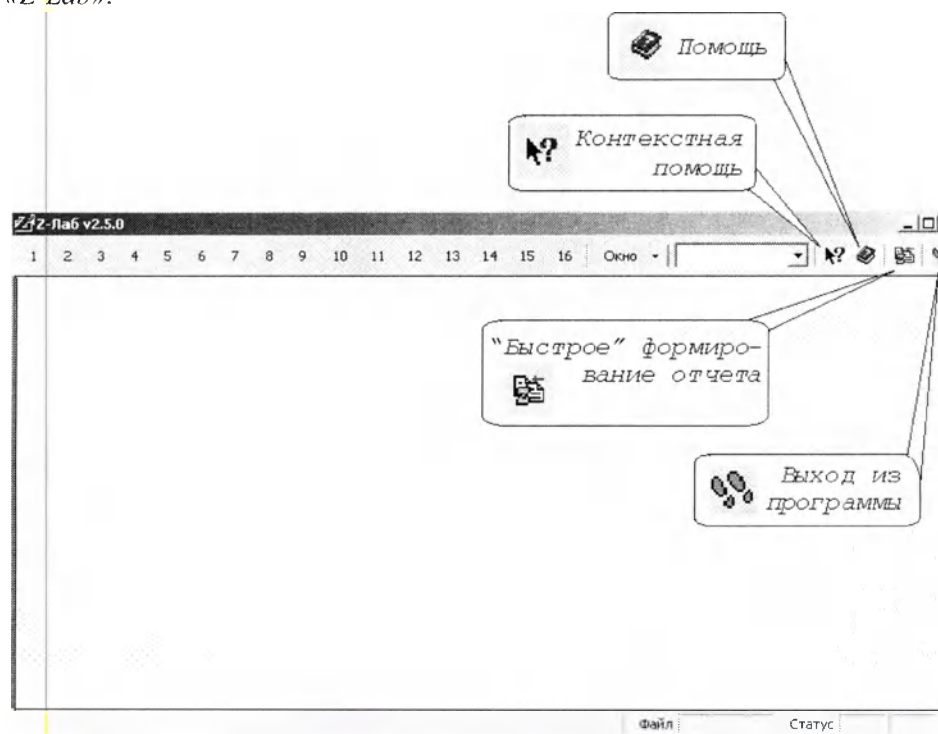


Рис. 3. Общий вид главного окна приложения.

Для получения краткой справки об элементе установите курсор мыши на интересующем вас элементе и сделайте паузу. Появится всплывающая подсказка, описывающая действие данного элемента.

Вверху располагается меню «**Выбор метода**». Щелчком левой кнопки мыши осуществляется переключение соответствующего метода – от 1-го до 16-го. С помощью правой кнопки мыши Вы можете задать название окна, чтобы легче ориентироваться при работе с программой.

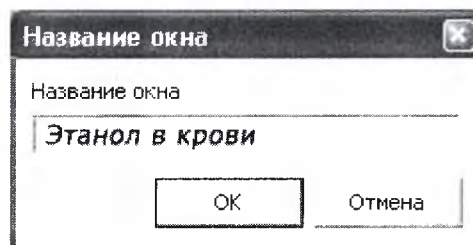


Рис 4. Ввод названия окна метода.

Щелчком левой кнопки мыши выберите номер метода, с которым Вы хотите работать, например номер 1. Вы увидите следующее окно, при этом слева от номера или наименования окна появится вертикальная прямая светло-салатового цвета:

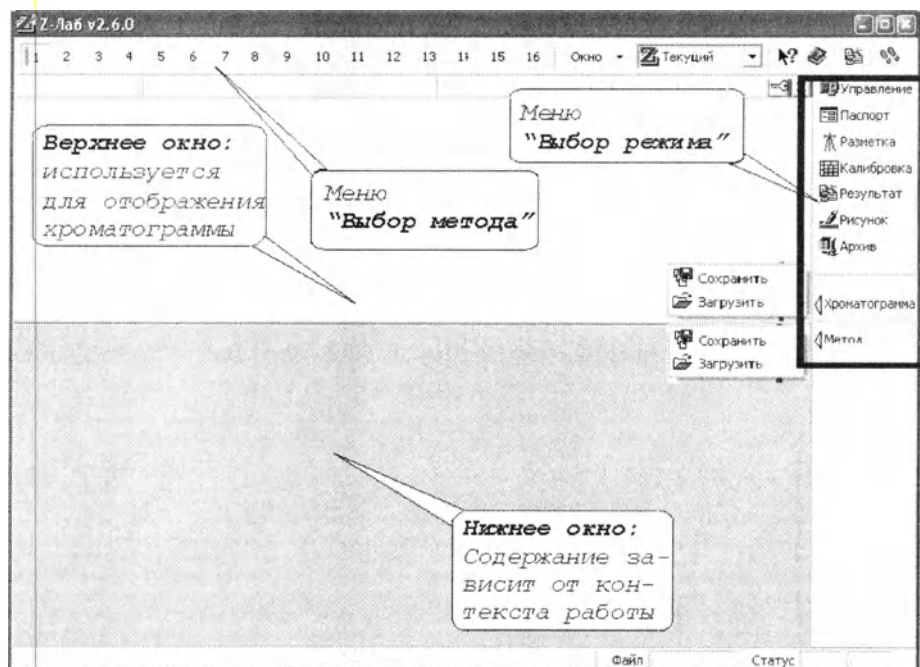


Рис. 5. Вид главного окна приложения.

По цвету появляющейся линии можно определить, какое действие в данный момент выполняется программой.

Светло-салатовый цвет – окно метода открыто.

Желтый цвет – ожидание нажатия кнопки синхронизации старта анализа.

Синий цвет – в окне запущен анализ.

Темно-зеленый цвет – снятие анализа завершено.

В правой части главного окна располагается меню «Выбор режима», в котором происходит выбор текущего режима работы программы.

Свободная зона окна разделена на два поля: «Верхнее окно» и «Нижнее окно». В «Верхнем окне» всегда располагается рисунок выбранного пользователем фрагмента хроматограммы, а в «Нижнем окне» – либо рисунок хроматограммы в режиме автомасштабирования (т.е. всегда показывается вся хроматограмма), либо диалоговые окна, соответствующие выбранному режиму.

Граница между «Нижним окном» и «Верхним окном» является плавающей. Для изменения ее положения следует установить курсор мыши на границе окон, при этом курсор меняет свою форму, затем, нажав левую кнопку мыши и удерживая ее, переместить границу между окнами в нужное положение.

Программа имеет 8 режимов работы с прибором и хроматограммой:

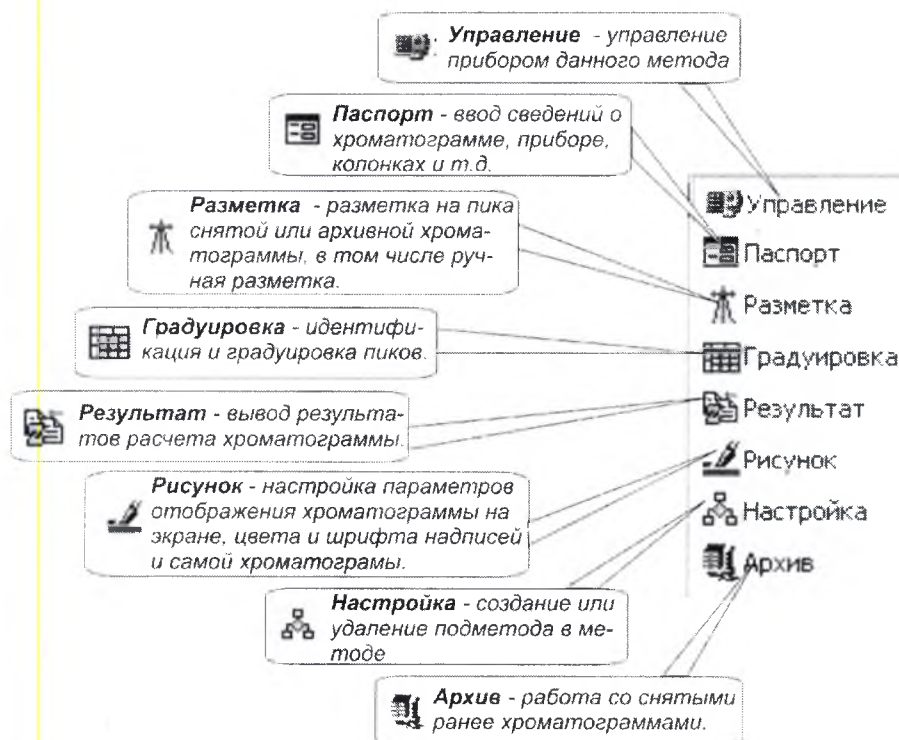


Рис 6. Кнопки меню выбора режимов.

Программа позволяет работать в многооконном режиме. Т.е. Вы можете запустить съем анализов сразу в нескольких окнах, и расположить их таким образом, чтобы наблюдать процесс, не переключаясь между окнами. Для этой цели служит кнопка «Окно» в меню выбора метода:

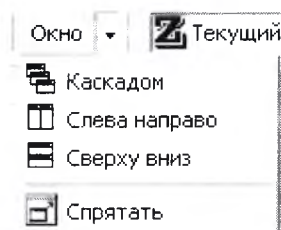


Рис. 7. Кнопки меню «Окно»

Существует несколько вариантов расположения окон на экране.

Каскадом – окна размещаются одно над другим, немного смещаясь вниз и вправо.

Слева направо – окна размещаются одно за другим слева направо.

Сверху вниз - окна размещаются одно за другим сверху вниз.

Последние два режима позволяют наблюдать сразу несколько анализов.

ПАСПОРТ

В меню выбора режима выберите режим работы ПАСПОРТ. Программа выдаст окно, с несколькими закладками:

Закладка «Общее» содержит следующую информацию:

Поле ввода имени метода, которое будет отображаться над верхним окном программы, а также указываться при создании отчета.

Рис. 8. Режим ПАСПОРТ, закладка "Общее".

Таблица 1. Поля закладки общее

Имя	Имя метода пользователь вводит собственноручно. Это имя отображается во всех последующих хроматограммах, а также высвечивается в виде подсказки, если подвести курсор мышки к кнопке метода (в меню «Выбор метода») и подождать 2 секунды, не нажимая кнопок.
-----	---

Поля, недоступные для редактирования	
Последовательный порт	Отображает номер последовательного порта, на котором производился съем хроматограммы. Данное поле заполняется при создании хроматограммы и, в дальнейшем, изменяться не может.
Устройство	Показывает с какого устройства производился съем.
Детектор	Определяет детектор с которого производился сбор данных.
Имя файла	Содержит наименование файла, под которым записана данная хроматограмма. В имени файла зашифровано время создания хроматограммы (см. раздел «Структура каталогов программы «Z-Lab»).
Продолжительность	Указывает общую продолжительность хроматограммы в минутах.

Закладка «Проба» содержит следующие поля:

Паспорт хроматограммы

Закладки: **Общее** | **Проба** | Дополнительно

№ анализа: Ф.И.О специалиста:

№ направления: от:

Фамилия освидетельствуемого:

Код пробы: Отделение:

Объект исследования:

хроматограмма для работы с
 примером №4 - режим РУЧНАЯ РАЗМЕТКА
 примером №5 - режим ГРАДУИРОВКА, метод расчета - многоточеч
 примером №7 - режим АРХИВ
 примером №10 - режим РЕЗУЛЬТАТ, метод расчета - абсолютная гр

OK Отмена Загрузить

Рис. 9. Режим ПАСПОРТ, закладка «Проба».

В основном, закладка «Проба» предназначена для заполнения при работе в режиме «Отчета по алкоголю», но вы можете использовать ее поля для записи дополнительной информации о хроматограмме.

Таблица 2. Поля закладки Проба

№ анализа	№ анализа согласно журналу
№ направления	№ направления на освидетельствование
Ф.И.О специалиста	Данные о специалисте, проводящего освидетельствование
от 20 декабря	Дата и время освидетельствования
Фамилия освидетельствуемого	ФИО освидетельствуемого
Код пробы	Код исследуемой пробы (кровь, моча)
Отделение	Наименование отделения учреждения, проводившего исследование.
Объект исследования	Выбор типа объекта исследования. Кровь 1 Кровь 1 Кровь 2 Моча 1 Моча 2
	Является ОБЯЗАТЕЛЬНЫМ для заполнения
	Поле комментария,

Закладка «Дополнительно» может содержать любой текст, которым пользователь считает нужным снабдить хроматограмму.

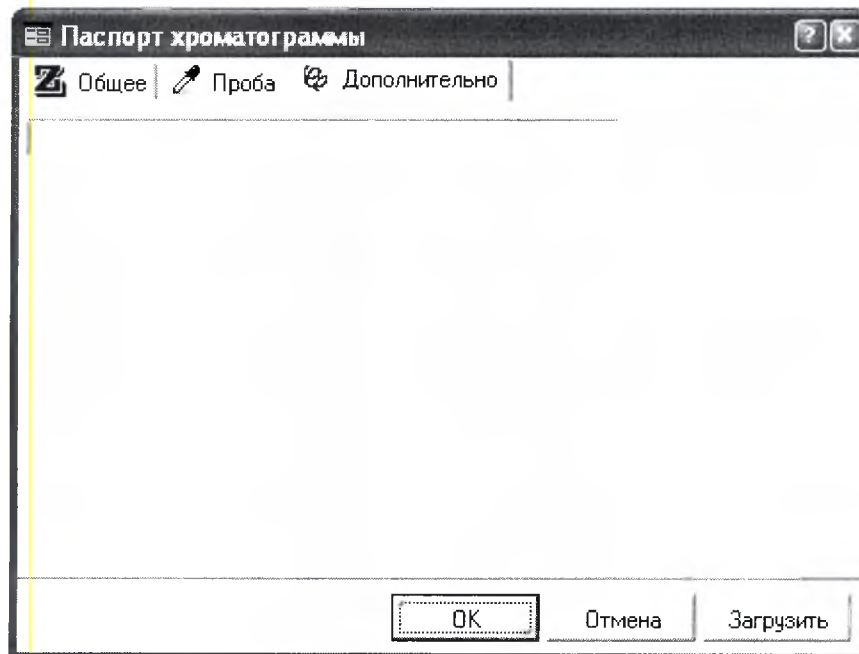


Рис. 11. Режим ПАСПОРТ, закладка «Дополнительно».

А теперь рассмотрим пример, с помощью которого Вы сможете быстрее освоить работу с программой «Z-Lab». На протяжении всего описания будем рассматривать следующий пример. Проводится измерение массовой концентрации этанола в крови, моче или слюне. Следуя Методике измерений ФР.1.39.2012.12815, свидетельство об аттестации 01.00225/205-42-12 от 14.07.2012 года (далее «Методика»), сначала проводится анализ на расчет поправочного коэффициента, а затем непосредственно анализ самой пробы.

ПРИМЕР 1. Запуск программы, настройка ее работы.

1. Запустите программу «Z-Lab».
2. В меню выбора метода выберите метод № 1.
3. В меню выбора режима выберите режим «ПАСПОРТ».
4. На закладке «Общее» в поле «Имя метода» введите «*Расчет поправочных коэффициентов для измерений концентраций этанола*». Следует заметить, что если вводить данные в паспорт хроматограммы до ее снятия, поля недоступные для редактирования будут пусты.

5. На закладке «Проба» в поле комментария введите «Градуировка №1». По Методике необходимо сделать несколько градуировочных проб.

Остальные поля необязательны для заполнения, поэтому оставим их незаполненными.

Снятие хроматограммы

После того, как внесены все предварительные сведения о хроматограмме, можно приступать к съему хроматограммы. Съем хроматограммы производится в режиме УПРАВЛЕНИЕ, который выбирается в меню выбора режима. При вызове этого режима появляется окно:

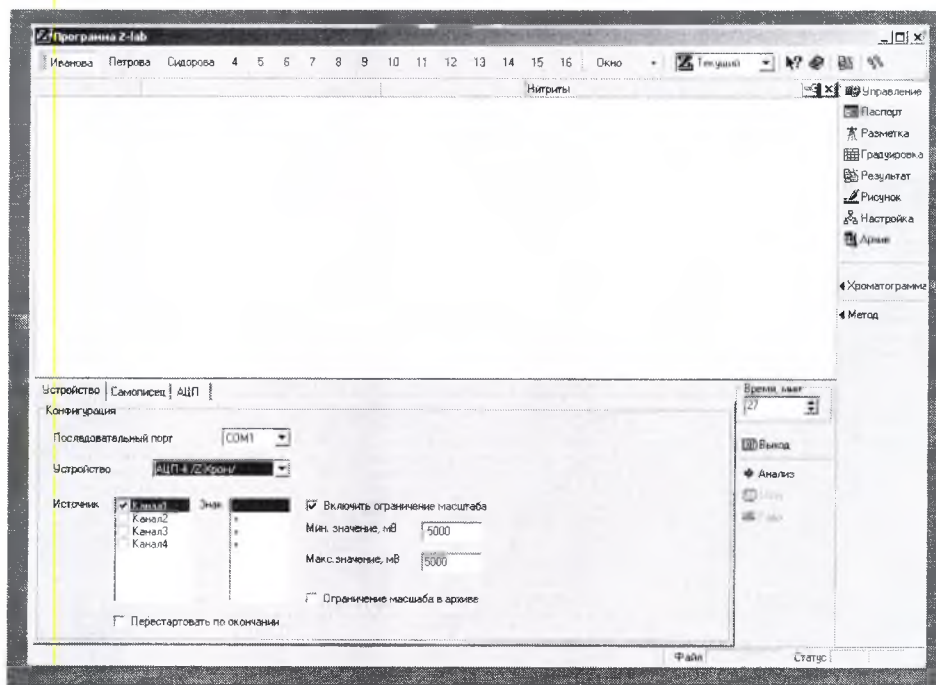


Рис 13. Режим УПРАВЛЕНИЕ.

Установите предполагаемое время съема хроматограммы. До начала съема значения можно ввести с клавиатуры, а во время анализа это время можно изменить (увеличить или уменьшить) с помощью маленьких стрелок слева.

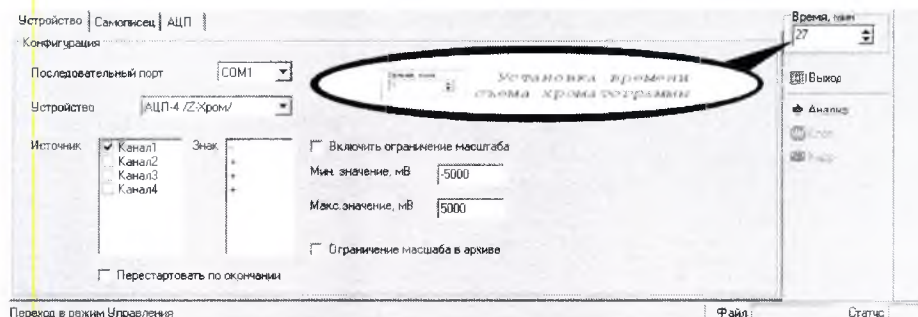


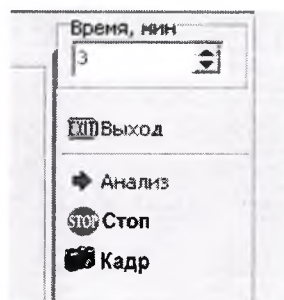
Рис. 14. Установка длительности съема хроматограммы.

Нажмите кнопку «Анализ», расположенную чуть ниже поля установки времени съема хроматограммы. При этом вертикальная прямая, расположенная возле номера метода, сменит свой цвет со светло-салатового на желтый.

После закола пробы в инжектор хроматографа нажмите кнопку «Старт» на лицевой панели хроматографа. Вертикальная прямая, расположенная возле номера метода в программе, станет синего цвета, справа на строке состояния под меню выбора режима появится надпись, например: «Съем хроматограммы. 0 час 1 мин 35 сек: 0 час 2 мин». Это означает, что идет съем хроматограммы, от начала анализа прошло 1 мин 35 сек, а всего съем хроматограммы продолжается 2 мин.

Кнопка «КАДР» во время съема хроматограммы дает возможность пользователю обработать ту часть хроматограммы, которая на данный момент уже снята. При этом создается хроматограмма – «фантом», которая открывается в окне «Архивный» текущего метода и позволяет полностью симитировать ситуацию, которая возникает при остановке хроматограммы, за исключением того, что ее нельзя записать в архив. Сама же хроматограмма в это время продолжает сниматься в окне «Текущий».

Если в процессе съема хроматограммы Вы захотите остановить анализ до завершения времени съема хроматограммы, нажмите кнопку «Стоп».



Рассмотрим возможности визуального отображения информации во время работы с хроматограммой.

Для отображения хроматограммы может быть использовано два окна - верхнее и нижнее. Изображения хроматограммы в этих окнах в принципе дублируют друг друга, но в верхнем окне часть хроматограммы можно показать в произвольном масштабе, а в нижнем окне хроматограмма всегда показывается полностью. При этом прямоугольник в нижнем окне указывает, какая именно область отображается в верхнем окне в увеличенном масштабе.

Для такого отображения хроматограммы необходимо нажать кнопку «Окно» в меню выбора метода. Пункт меню «Спрятать» убирает элементы управления того режима, который сейчас выбран, а «Показать» - переводит отображение хроматограммы в режим показа двух окон.



Следует заметить, что если выбран один из режимов работы с хроматограммой в меню «**Выбор режима**», то нижнее окно используется для вывода иной информации.

Изменить область видимости хроматограммы можно мышкой: чтобы показать в верхнем окне всю хроматограмму необходимо произвести двойной щелчок левой кнопкой мышки в верхнем окне, либо нажатием кнопки «Enter» на клавиатуре. Чтобы показать в верхнем окне часть хроматограммы необходимо подвести мышку к нужному месту на хроматограмме в верхнем или нижнем окне, нажать левую кнопку и, удерживая ее, отвести в сторону, при этом программа отобразит прямоугольник выделенной области. Передвигая мышку можно выделить нужную область, после этого необходимо отпустить левую кнопку. Таким образом, выделяется область хроматограммы, которая будет отображаться в верхнем окне.

Изменить масштаб в верхнем окне можно, помимо выделения области мышкой, при помощи клавиш вправо или влево (масштаб по ширине) и вверх или вниз (масштаб по высоте). При этом масштабирование

осуществляется относительно точки пересечения маркера с базовой линией.

Сдвинуть область видимости в верхнем окне можно клавишами вправо, влево, вверх и вниз, удерживая при этом клавишу SHIFT.

Другой способ сдвинуть область видимости в верхнем окне – использование полос прокрутки.

Теперь необходимо рассмотреть элементы, предоставляющие дополнительные возможности (см. рис.15.):

Маркер. Служит для получения дополнительной информации о хроматограмме, используется при изменении масштаба. Передвигать маркер нужно, нажав и удерживая правую кнопку мышки в верхнем окне. После отпускания правой кнопки маркер фиксируется в новом положении. Если новое положение маркера находится в области пика, то в поле «Параметры пика» выводятся характеристики данного пика (см. ниже).

Параметры пика под маркером. Если в верхнем окне передвинуть маркер на какой-нибудь пик, то в поле «Параметры текущего пика» выведется информация о номере пика, его времени выхода, высоте и площади.

Координаты точки пересечения хроматограммы и маркера. Указывает координату X в формате «минуты:секунды» и высоту хроматограммы в этой точке в милливольтках.

Признак ручной разметки. Данное информационное поле становится активным, если к хроматограмме применялась ручная разметка (см раздел «Ручная разметка»). На это поле следует обращать внимание при проведении разметки, т.к. в случае проведения автоматической разметки все данные ручной разметки будут утеряны.

Поле статуса. Говорит о том, что хроматограмма была модифицирована и измененные данные не сохранены на диске. Сохранить хроматограмму можно, нажав кнопку «Сохранить» для хроматограммы в меню «Выбор режима» (вторая кнопка снизу в правом меню).

Имя текущего файла хроматограммы – сообщает пользователю наименование файла, под которым сохранена текущая хроматограмма.

Поле «**имя метода**» содержит наименование метода, которое указывается в паспорте.

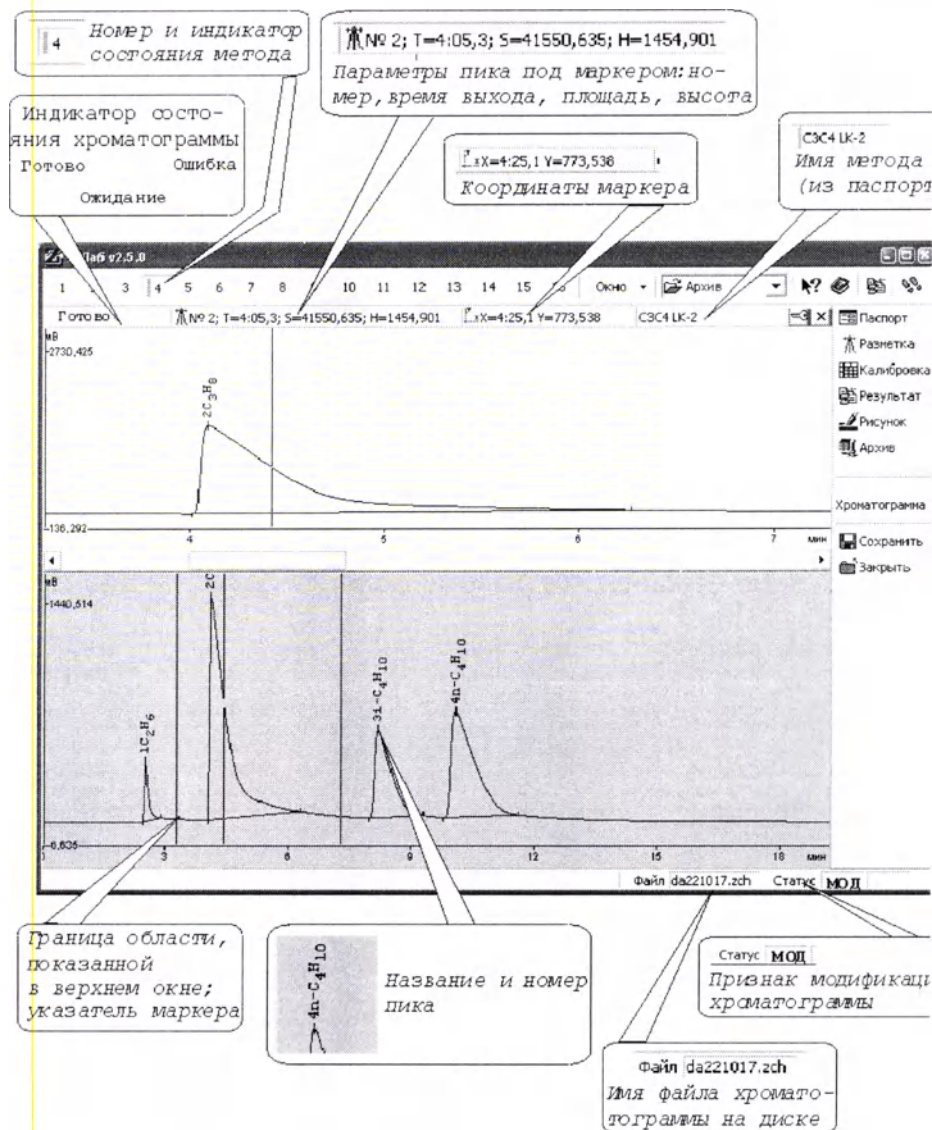


Рис. 15. Отображение хроматограммы.

ПРИМЕР 2. Использование возможностей программы во время съема хроматограммы.

Продолжим рассматривать пример измерения массовой концентрации этанола в крови, моче или слюне. Теперь снимем хроматограмму и во время съема освоим приемы работы с хроматограммой.

Используя руководство по эксплуатации хроматографа, подготовьте его к работе.

В поле установки времени анализа введите число 4 (столько минут будет длиться анализ)

Нажмите кнопку «Анализ»

Нажмите кнопку «Старт» на хроматографе.

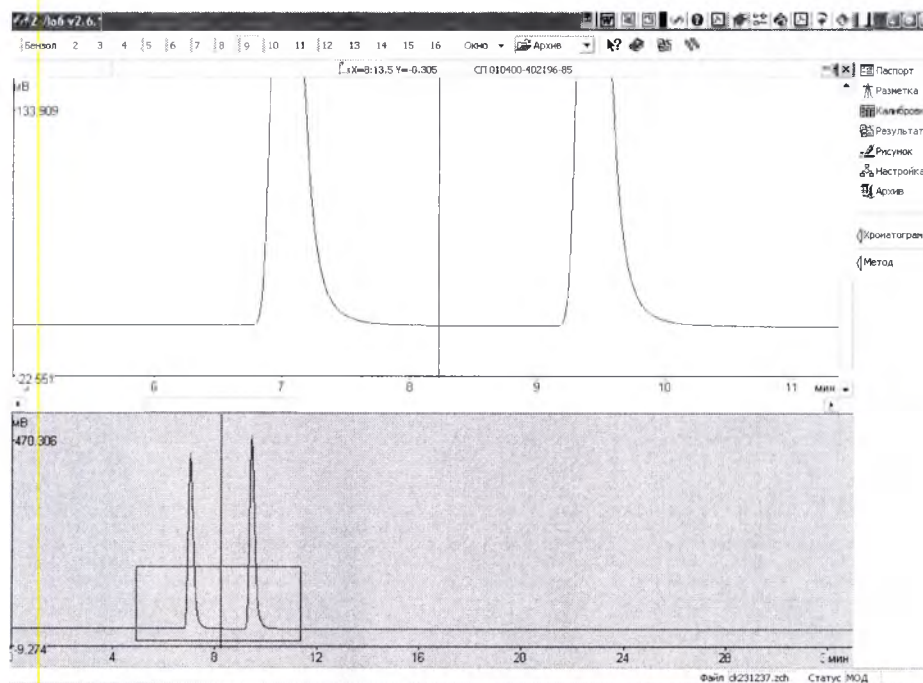
На экране в режиме реального времени отобразится съем хроматограммы.

Надпись «Ожидание кнопки» сменится на показатели времени: сколько в общем идет анализ и сколько времени уже прошло.

Нажмите кнопку «Окно» и выберите пункт «Спрятать». хроматограмма будет отображаться во весь размер рабочего окна.

Нажмите кнопку «Окно» и выберите пункт «Показать». Теперь хроматограмма будет отображаться в двух окнах – верхнем и нижнем.

После того как выпишется 2 пика выделите мышью какой-нибудь фрагмент на хроматограмме в верхнем окне. Вы увидите следующее:

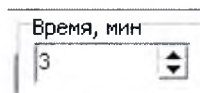


В нижнем окне отображается вся хроматограмма, а верхнем выделенный ее фрагмент.

Для того, чтобы в верхнем окне получить полную картинку хроматограммы щелкните два раза в любом месте верхнего окна.

Снова войдите в режим **УПРАВЛЕНИЕ**.

Маленькими кнопками уменьшите время анализа до 3 мин.



The image shows a small rectangular window with a title bar. Inside the window, the text "Время, мин" (Time, min) is displayed above a text input field containing the number "3". To the right of the input field is a vertical scrollbar.

На третьей минуте анализ в принципе завершается. Нажмите кнопку «СТОП», расположенной под кнопкой «АНАЛИЗ».

В верхнем правом углу окна программы появится надпись «Готово».

Наведите маркер на один из пиков. Во вспомогательном поле отразятся координаты пересечения маркера с пиком.

Разметка

В меню «Выбор режима» выберите режим РАЗМЕТКА, программа выдаст окно:

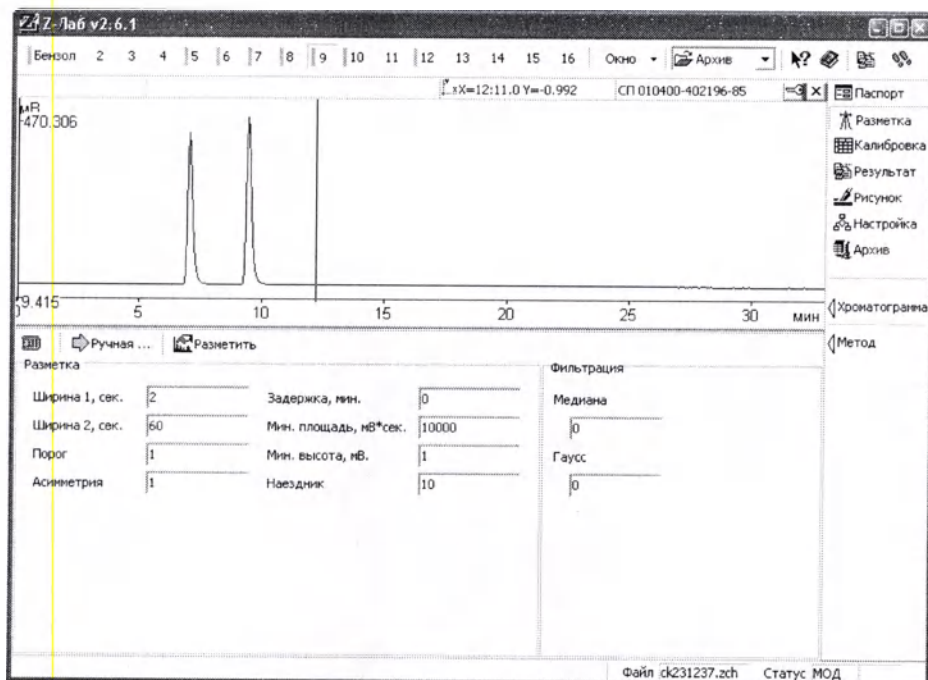


Рис.16. Режим РАЗМЕТКА.

Инструментами режима «РАЗМЕТКА» являются:

Таблица 3. Инструменты режима РАЗМЕТКА.

Задержка, мин. 0	Интервал от начала хроматограммы до указанного в поле времени, на котором не производится распознавание пиков.
Мин. площадь, мВ*сек. 0	Минимальная площадь, которой может обладать пик. Все пики с меньшей площадью не учитываются в процессе разметки. Если параметр равен 0, то пики не отсеиваются по минимальной площади.
Мин. высота, мВ. 0	Минимальная высота, которой может обладать пик. Все пики с меньшей высотой не учитываются в процессе разметки. Если параметр

	равен 0, то пики не отсеиваются по минимальной высоте.
Асимметрия 1	Отношение порога производной на переднем склоне пика к порогу на заднем склоне пика. По порогу на заднем склоне определяется конец пика. Чем больше этот параметр, тем более неравным является пик.
Наездник 0	Определяет отношение площади левого неразделенного пика к площади правого неразделенного пика. Если отношение площадей больше или равно значению «Наездник», то правый пик считается наездником. Если этот параметр нулевой, то выявление наездников не происходит.
Ширина 1, сек. 10	Ширина отрезка в начале нулевой линии, на котором считается производная.
Ширина 2, сек. 10	Ширина отрезка в конце нулевой линии, на котором считается производная (подробнее см раздел «Алгоритм разметки на пики»).
Порог 0,3	Значение производной, при превышении которого происходит выявление начала и конца пика.
Фильтрация Медиана 0 Гаусс 0	Ширина щели, на которой будет происходить усреднение точек. При этом ширина щели может иметь только нечетное значение (если вводится четное значение, то оно автоматически изменяется на большее нечетное). Подробнее об алгоритмах сглаживания см. «Алгоритмы», стр. 100

После того, как введены значения основных параметров необходимо нажать кнопку «**Разметить**», чтобы введенные значения вступили в силу.

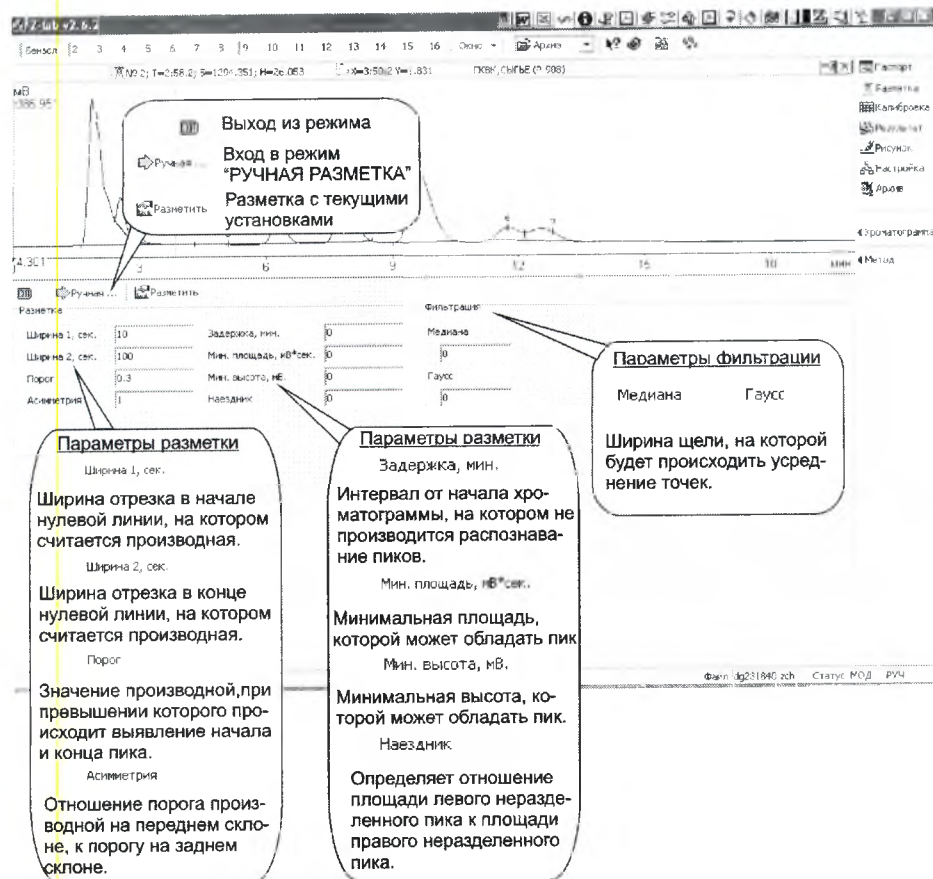


Рис. 17. Инструменты режима «РАЗМЕТКА».

Медианный фильтр лучше сглаживает шум базовой линии, не меняет форму пиков на склонах, однако он «приглаживает» вершины пиков и искажает как их высоту, так и площадь.

Гауссов фильтр лучше сглаживает сами пики, но хуже базовую линию. Пики становятся шире и ниже, но площадь остается неизменной.

Следует отметить, что сглаживанию всегда подвергаются исходные данные. Повторное применение фильтра не приводит к изменению формы хроматограммы, а при смене типа и/или степени сглаживания результат предыдущего сглаживания игнорируется. Фильтрацией следует пользоваться с осторожностью, начиная со степени равной 3 до тех пор, пока не будет получен желаемый результат. Фильтрация введена в режим разметки, поскольку очевидно, что ее применение изменяет разметку хроматограммы на пики.

В программе "Z-Лаб" использован алгоритм выделения пиков на основе производной, причем производная усредняется на участке, определяемым параметром «Ширина», а вывод о начале пика делается на основе сравнения вычисленной производной с параметром «Порог». Поскольку пики в конце хроматограммы расширяются за счет диффузии, то и параметр «Ширина» с течением времени тоже может меняться. В начале хроматограммы его значение равно значению поля «Ширина 1», с течением времени оно увеличивается по линейному закону до значения поля «Ширина 2» в конце хроматограммы. Типичные значения параметров «Ширина» - $10 \div 100$ сек, типичные значения параметра «Порог» - $0.01 \div 3$.

Как правило, анализируемые вещества имеют нелинейную выпуклую изотерму сорбции, следствием чего является обострение переднего и размывание заднего фронта пика. Кроме того, задний фронт размывается за счет диффузии в большей степени, чем передний. Для учета наличия у пиков «хвоста» вводится параметр «Асимметрия»: отношение порогов начала и конца пика. Его типичные значения лежат в пределах 1 - 3.

Параметры «Минимальная площадь» и «Минимальная высота» позволяют не учитывать пики, чья площадь (высота) менее заданной величины. Высота пиков измеряется в милливольтх (см. раздел «Управление»), площадь - в мВ×сек. При нулевых значениях этих параметров отбраковка пиков не производится. Для того чтобы узнать высоту или площадь интересующих пиков и, соответственно, выставить параметры, можно сделать следующее: выставить маркер на интересующий пик и прочесть в заголовке верхнего окна его параметры (номер, время, высота и площадь, см. раздел «Снятие хроматограммы»).

Параметр «Наездник» позволяет выделить маленькие пики, сидящие на склоне крупного. Такая ситуация часто возникает при анализе примесей, когда концентрация основного компонента на 2-3 порядка превышает концентрацию примесей. Смысл параметра - соотношение площадей неразделенных пиков; если отношение площади первого пика к площади второго превышает значение параметра «Наездник», то второй пик считается пиком-наездником и отделяется от первого по линии, экстраполирующей его склон. При нулевом значении параметра «Наездник» его выделение не производится.

Вновь введенные параметры вступают в силу только после команды «Разметить». Результат разметки контролируется визуально в верхнем окне «Метода». В режиме РАЗМЕТКА пики на графике отмечаются номером, независимо от флажков, выставленных в диалоговом окне режима «Рисунок». В случае, если не удастся добиться желаемой разметки в автоматическом режиме, следует воспользоваться ручной разметкой (см.

раздел «Ручная разметка»). Чтобы введенные параметры в дальнейшем использовались для фильтрации и разметки вновь созданных хроматограмм в используемом методе, необходимо сохранить их (параметры) в методе, нажав в меню комбинацию: «Метод» → «Сохранить». Более детальное описание алгоритмов фильтрации и разметки приведены в разделе «Алгоритмы».



Следует отметить, что как и в случае градуировки полученной хроматограммы большая работа по разметке и идентификации компонентов предстоит только в первый раз. Впоследствии, параметры разметки и градуировки запоминаются программой и разметка и градуировка происходят автоматически или по нажатию комбинации кнопок «Метод» → «Загрузить». Данное утверждение, однако не относится к режиму РУЧНОЙ РАЗМЕТКИ, параметры которой не запоминаются в методе.

ПРИМЕР 3. Разметить хроматограмму, полученную в прошлом примере.

Войдите в режим РАЗМЕТКИ.

Укажите следующие значения параметров:

Параметр	Значение
Мин.Площадь	0
Мин.Высота	0
Асимметрия	0
Наездник	0

Программа разметит все пики на хроматограмме, которые удовлетворяют значениям «Ширина1» и «Ширина 2». Попробуйте подобрать значения этих параметров так, чтобы разметились все пики на хроматограмме. Учтите, что чем уже пики, тем меньше должны быть значения параметров «Ширина 1» и «Ширина 2», иначе пик «кончится» раньше, чем значение параметра «Ширина1». Типичными значениями параметров являются значения в пределах 2÷50

Попробуйте менять значения мин. площади, мин. высоты и асимметрии, и посмотрите как они влияют на разметку хроматограммы.

Ручная разметка

Иногда бывает легче и удобнее вручную разметить пик, чем долго подбирать значения стандартных параметров, учитывая особенности всех пиков. Для этого существует режим «РУЧНАЯ РАЗМЕТКА».

Чтобы выйти в режим «РУЧНАЯ РАЗМЕТКА» необходимо в режиме «РАЗМЕТКА» (кнопка «РАЗМЕТКА» в меню «Выбор режима») нажать кнопку «Ручная».

Ручная ... Ра:

ЭТКА

Время 1, сек. 10

Время 2, сек. 30

Внешний вид экрана представлен на Рис.18.

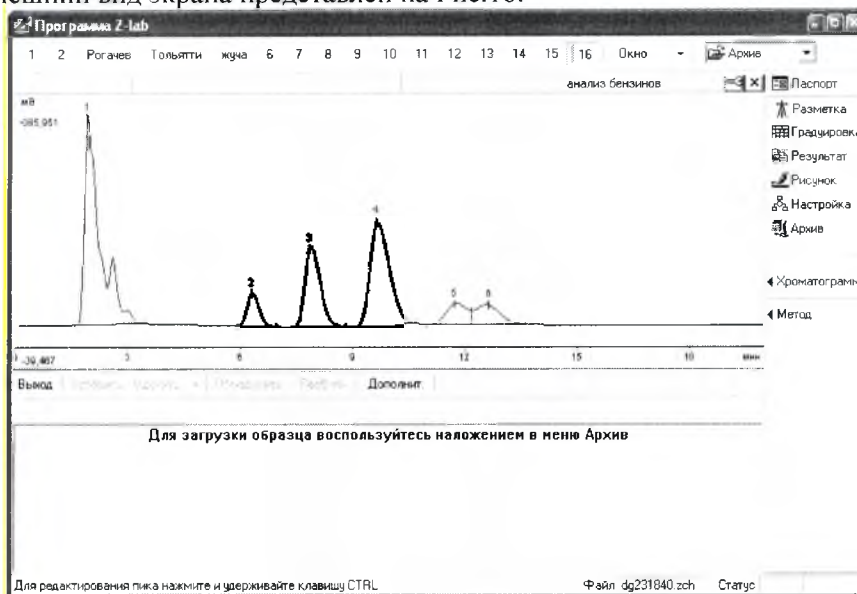


Рис. 18. Ручная разметка.

Нижнее окно служит для загрузки архивной хроматограммы, которая может служить образцом для разметки. Обратите внимание на то, что если Вы выделяете область в верхнем окне режима «РУЧНАЯ РАЗМЕТКА», в нижнем автоматически выделяется такая же область.

Между ними располагается меню для режима «Ручная разметка».

Строка статуса отображает, производилась ли ручная разметка. При любом изменении параметров пиков активизируется поле «РУЧ» в строке статуса. При это желательно сохранять файл хроматограммы.

Файл de171013.zch Статус МОД РУЧ

!Внимание!

Если после изменения параметров пиков в режиме «Ручная разметка» выйти в режим «Разметка» и провести разметку заново (нажать кнопку «Разметить»), то все данные по ручной разметке будут утеряны, а поле «РУЧ» в строке статуса потеряет активность.

Когда Вы только загружаете режим «РУЧНАЯ РАЗМЕТКА», вам доступны следующие инструменты:

Таблица 4. Инструменты режима РУЧНАЯ РАЗМЕТКА

Выход	Возврат в режим «РАЗМЕТКА»						
Дополнит.  Инвертировать  Вырезать  Убрать дрейф	Кнопка дополнительных инструментов, применимых ТОЛЬКО к видимой области на экране. При нажатии появляется список доступных инструментов. <table border="1"> <tr> <td> Инвертировать</td><td>Инвертирует область хроматограммы. Функция необходима при наличии на хроматограмме отрицательных пиков</td></tr> <tr> <td> Вырезать</td><td>Вырезает область хроматограммы и заменяет ее прямой линией</td></tr> <tr> <td> Убрать дрейф</td><td>Убирает дрейф базовой линии. Опускает правую крайнюю точку видимой области до крайней левой точки.</td></tr> </table>	 Инвертировать	Инвертирует область хроматограммы. Функция необходима при наличии на хроматограмме отрицательных пиков	 Вырезать	Вырезает область хроматограммы и заменяет ее прямой линией	 Убрать дрейф	Убирает дрейф базовой линии. Опускает правую крайнюю точку видимой области до крайней левой точки.
 Инвертировать	Инвертирует область хроматограммы. Функция необходима при наличии на хроматограмме отрицательных пиков						
 Вырезать	Вырезает область хроматограммы и заменяет ее прямой линией						
 Убрать дрейф	Убирает дрейф базовой линии. Опускает правую крайнюю точку видимой области до крайней левой точки.						

С помощью этих инструментов редактируются параметры уже существующих пиков. Если в верхнем окне вставить маркер в месте, где нет пиков, становятся доступными следующие инструменты:

Таблица 4. Продолжение.

Вставить	Позволяет вставить пик, шириной 2с в текущее расположение маркера. Пик можно вставить, если маркер не находится на пике и свободное место на хроматограмме не меньше нужного. Данная кнопка
----------	---

	автоматически блокируется, если пик невозможно вставить в текущее положение курсора.
--	--

Если навести маркер на пик, появятся следующие инструменты:

Таблица 4. Продолжение.

Разбить	Позволяет разбить текущий пик на два.
---------	---------------------------------------

Если выделить какой-нибудь пик щелчком левой кнопки мыши (при этом пик закрашивается синим цветом, а его начало, конец и вершина обозначаются синими квадратами) , то можно работать со следующими инструментами:

Таблица 4. Продолжение.

Удалить ▾	Удаляет текущий выделенный пик. Данная кнопка содержит подменю, позволяющее выполнять дополнительные действия:	
	➡ и все справа	удаляет текущий выделенный пик и все пики справа
	⬅ и все слева	удаляет текущий выделенный пик и все пики слева,
	↔ и все на экране	удаляет все пики, которые полностью находятся в данный момент на экране
Объединить	Объединяет выделенный пик с предыдущим. Доступно для всех пиков кроме первого	
Наездник	Выбор типа пика – нормальный, неразделенный наездник. Тип пика «наездник» становится доступ только при выборе типа «неразделенный». Доступно для всех пиков кроме первого.	
Строка статуса	При выделении пика в строке статуса появляется сообщение о том, как передвинуть начало, вершину и конец пика. Для редактирования пика нажмите и удерживайте клавишу CTRL	

Общий вид экрана при РУЧНОЙ РАЗМЕТКЕ показан на рис. 19 (на нем показаны все доступные функции).

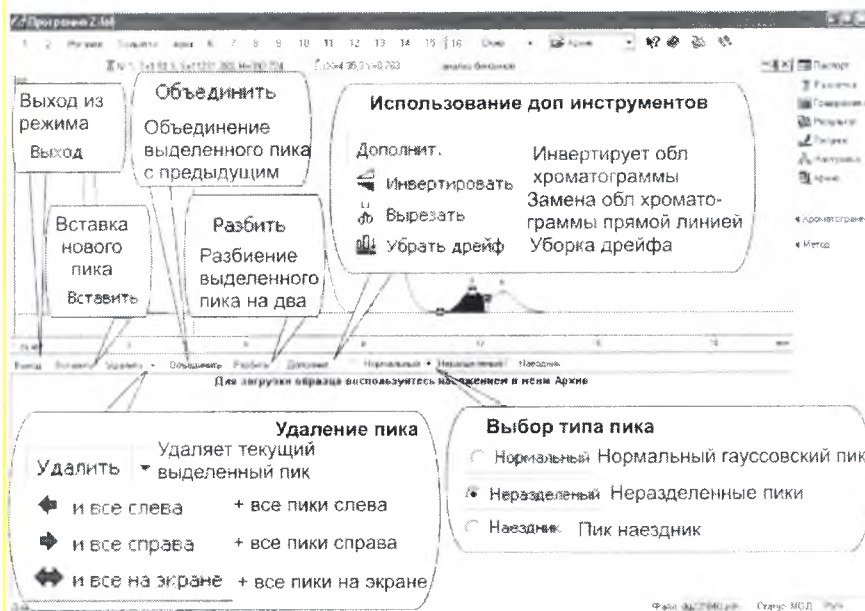


Рис. 19. Инструменты режима РУЧНАЯ РАЗМЕТКА.

Удаление пика.

В верхнем окне щелчком левой кнопки мышки необходимо установить маркер на нужный пик. Пик окрасится в синий цвет, начало, вершина и конец будут помечены синими квадратами.

Нажать кнопку «Удалить» (не нужно нажимать стрелку вниз в правой части кнопки, т.к. при этом выведется меню с дополнительными функциями). Пик удален.

Если вы хотите удалить несколько пиков, то вместо нажатия на кнопку «Удалить» надо нажать не на саму кнопку, а на стрелку вниз в правой части кнопки. Тем самым выводится список дополнительных функций по удалению (см. рис. 19). Теперь можно выбрать любой из пунктов и удалить несколько пиков.

Добавление пика.

Необходимо установить маркер (правой кнопкой мышки) в верхнем окне в место предполагаемой вершины пика. При этом должна стать доступна кнопка инструмента «Вставить» в меню режима. Если этого не произошло, то либо маркер находится на пике, либо свободного места на хроматограмме недостаточно для вставки нового пика.

Нажать кнопку «Вставить» в меню режима, при этом вставляется новый пик. Для редактирования пика смотрите следующий раздел.

Редактирование пика.

В верхнем окне щелчком левой кнопкой мышки необходимо выделить нужный пик. Вершина, начало и конец пика при этом маркируются синими квадратами, а сам пик закрашивается синим цветом.

Нажать клавишу CTRL и, удерживая ее, левой кнопкой мыши перенести квадраты начала, вершины и конца в необходимые положения.

При этом возможности передвижения начала, вершины и конца пика ограничиваются здравым смыслом:

Если редактируется начало, то квадрат можно перемещать между концом предыдущего пика и вершиной выделенного.

Если редактируется вершина, то квадрат можно перемещать между началом и концом выделенного пика.

Если редактируется конец, то квадрат можно перемещать между вершиной выделенного пика и началом следующего.

Разбиение и объединение пиков, выделение наездника.

Чтобы разбить пик на два, нужно навести маркер на пик и нажать кнопку «Разбить». Пик разделится на две части в том месте, где был маркер.

Также можно объединять пики. Для этого нужно выделить пик щелчком левой кнопки мыши, и нажать кнопку «Объединить».

По умолчанию любой пик считается «нормальным», если конечно он не был размечен наездником в автоматической разметке. Неразделенные пики можно пометить соответствующим образом, или присвоить им статус наездников. Для этого необходимо выделить пик щелчком левой кнопки мыши и выбрать необходимый тип в меню режима.

Инвертирование, вырезание, убирание дрейфа

В верхнем окне необходимо вывести ту часть хроматограммы, над которой необходимо произвести действие.

Нажать кнопку «Дополнительно» в меню режима. Из ниспадающего списка выбрать нужную функцию.

Появится окно запроса подтверждения, т.к. данные операции изменяют исходные данные. Неправильное использование дополнительных функций чревато потерей всей хроматограммы.

ПРИМЕР 4. На полученной хроматограмме разметить неразмеченные пики и скорректировать пики, размеченные неверно.

Если при установке Вы выбрали полную установку, в 16 методе будут содержаться хроматограммы, снятые ранее, которые иллюстрируют работу программы и используются в примерах. На закладке поля комментария в паспорте этих хроматограмм обозначено для какого примера они используются. Всю работу, начиная с текущего примера, будем проводить на этих примерах. Поэтому для дальнейшей работы рекомендуем Вам ознакомиться с режимом АРХИВ.

Откройте архивную хроматограмму

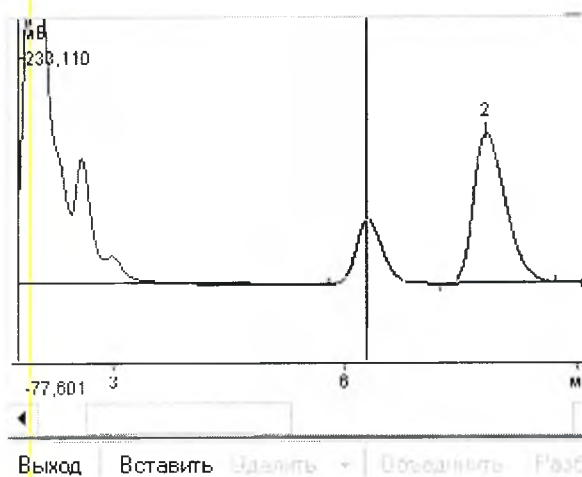
В меню «Выбор режима» выберите режим РАЗМЕТКА

Перейдите в режим ручной разметки, нажав кнопку РУЧНАЯ...

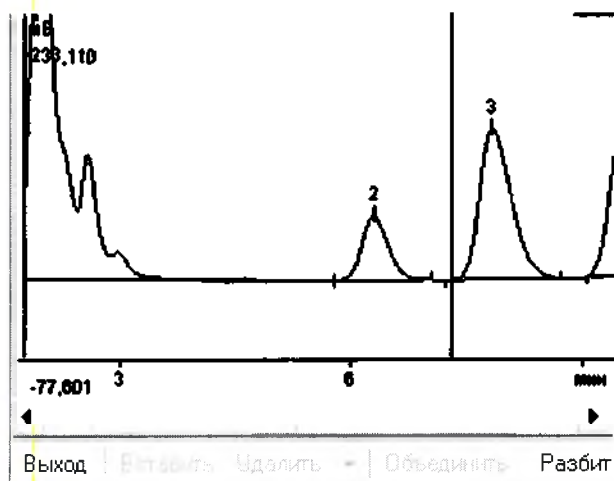
EXIT	➡ Ручная ...	🖨 Разметить
Разметка		
Ширина 1, сек.	10	
Ширина 2, сек.	10	
Порог	0.3	

1) Вставка и разметка нового пика.

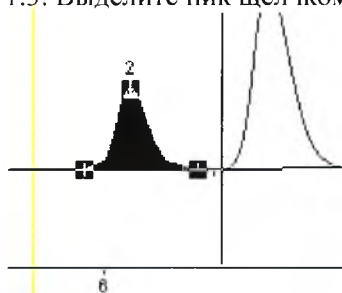
1.1. Если пик не был размечен при автоматической разметке, но реально присутствует на хроматограмме, его можно вставить вручную. Для этого наведите маркер на нерасмеченный пик и нажмите кнопку «Вставить».



1.2. При этом старайтесь маркер как можно точнее устанавливать в вершине пика. На новом пике появиться номер, следующий за номером предыдущего размеченного пика.



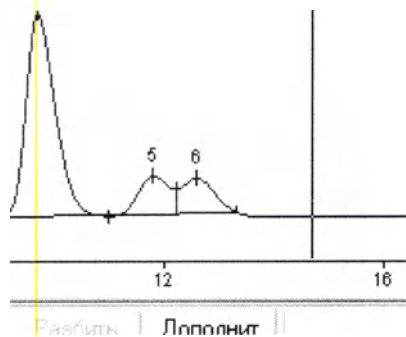
1.3. Выделите пик щелчком левой кнопки мыши.



Нажмите клавишу CTRL на клавиатуре и, удерживая ее, мышкой переместите начало и вершину пика в новое место.

2) Слияние пиков.

2.1. На хроматограмме ниже есть 5 и 6-ой пики, которые не до конца разделены. Эти пики можно объединить в один.



2.2. Т.к. объединение происходит только с **предыдущим** пиком, то выделять мышкой необходимо пик №6. После этого нажмите кнопку «Объединить», два пика сольются в один, при этом вершина пика автоматически останется на пике, не выделявшемся мышкой.

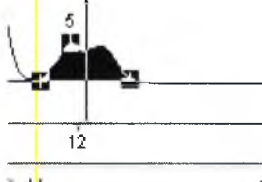


2.3. Вершину, а также начало и конец пика можно перенести с помощью инструментов редактирования.

3) Разделения одного пика на два.

Пики можно не только объединять, но и разделять. Объединим пики разделенные в предыдущем примере.

3.1. Для этого выделите пик левой кнопкой мыши и установите маркер в месте предполагаемого разделения пиков.

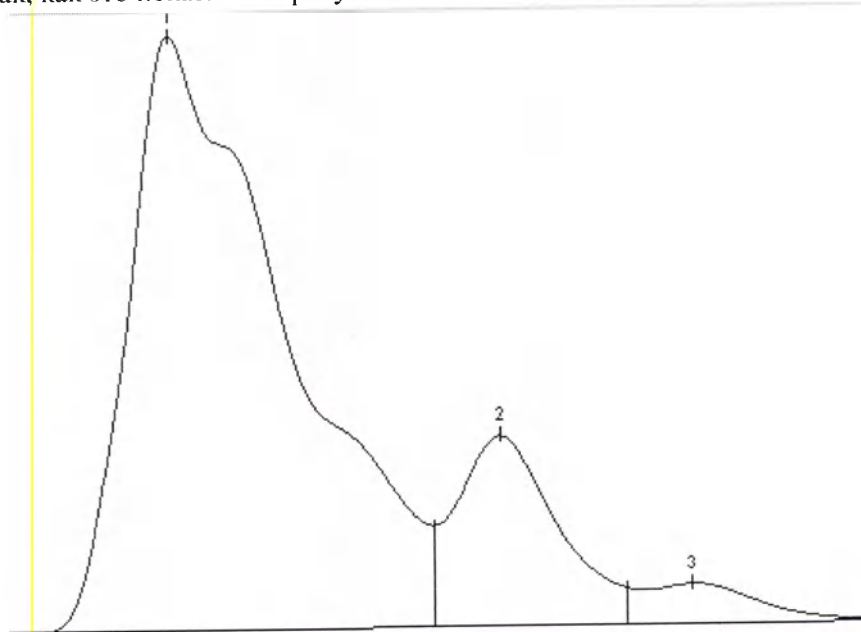


3.2. Нажмите кнопку «Разбить». Пик разделится на два, вершины, начало и концы которых можно подредактировать.

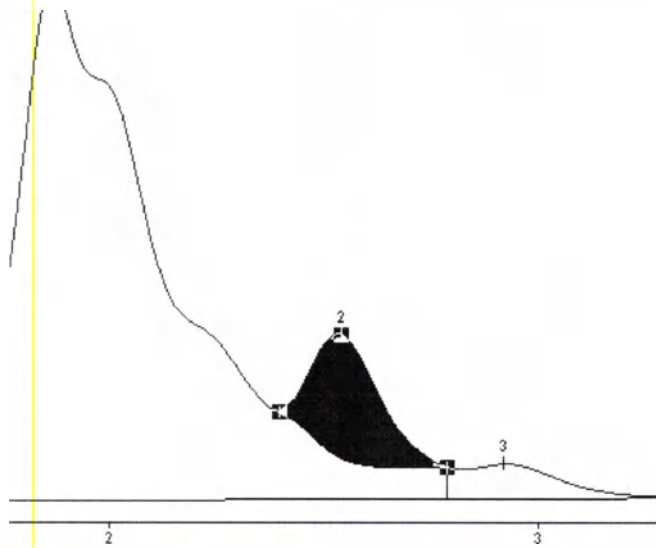
4) Разметка наездника.

4.1. Выделим пики-наездники на 1-ом пике хроматограммы. Для того чтобы разметить пики-наездники, необходимо во-первых, чтобы пики были неразделенными, но каждый из них был тем не менее выделен в

отдельный пик. Поэтому для начала этот пик необходимо разбить на 3. Как это сделать сказано в задании №3 данного примера. Разбейте 1-ый пик так, как это показано на рисунке:

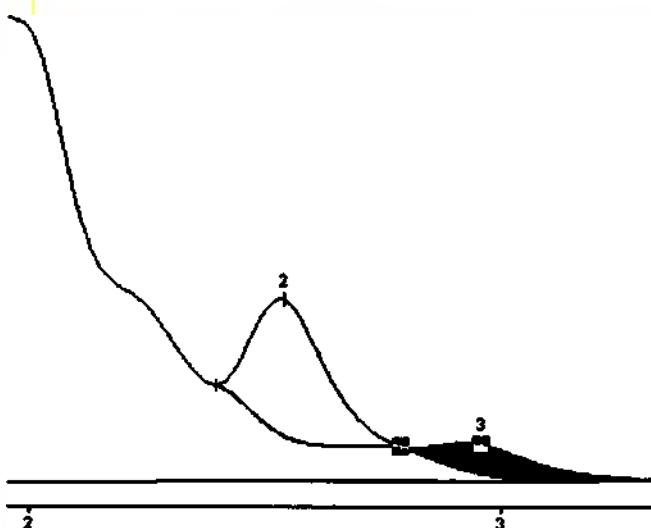


4.2. Выделите левой кнопкой мышки пик № 2 и укажите его тип «наездник».



☐ бить
 ☐ Дополнит.
 ☐ Нормальный
 ☐ Неразделенный
 ☒ Наездник

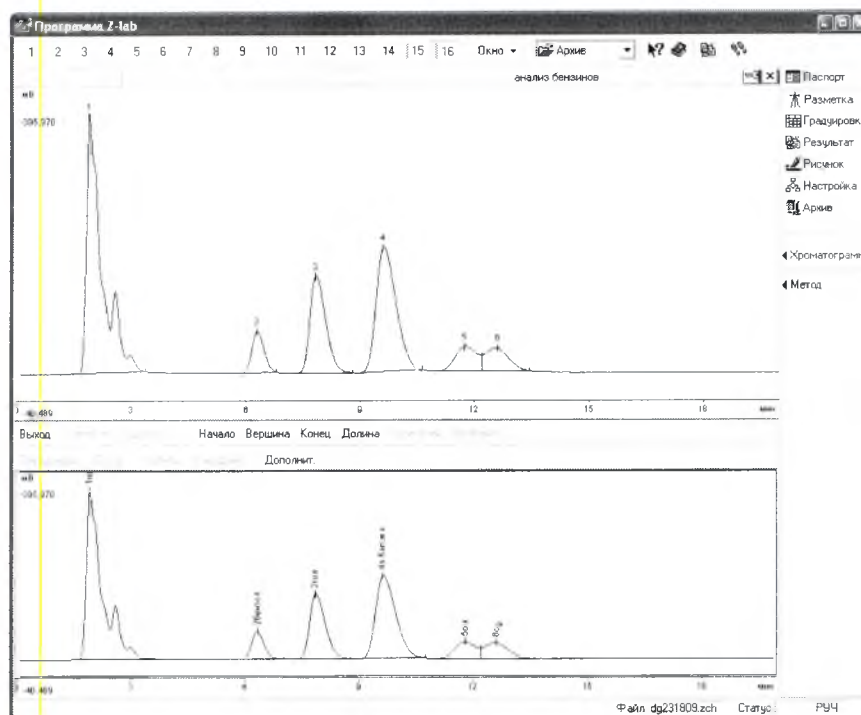
4.3. Выделите левой кнопкой мышки пик № 3 и укажите его тип «наездник».



☐ Дополнит.
 ☐ Нормальный
 ☐ Неразделенный
 ☒ Наездник

Т.о. на одном нормальном пике размечено 2 пика наездника.

5) **Ручная разметка хроматограммы по образцу.** Выйдя в режим АРХИВ, на обрабатываемую Вами хроматограмму наложите хроматограмму схожую с ней (о том, как это сделать рассказано в описании режима АРХИВ). После этого вернитесь в режим РУЧНОЙ РАЗМЕТКИ. Вы увидите следующее:



Образцовая хроматограмма отображается в нижнем окне и служит неким эталоном для разметки текущей хроматограммы. Такой режим может использоваться при разметки сильно зашумленных хроматограмм с большим количеством пиков.

Использование ручной разметки как автоматической.

Программа «Z-Lab» позволяет использовать сохраненную ручную разметку для автоматической разметки последующих хроматограмм. Для этой цели служит флажок «Использовать ручную разметку в качестве автоматической».

□ Использовать ручную разметку в качестве автоматической

Для этого необходимо:

Вручную разметить хроматограмму.

Сохранить ее

Взвести флажок «Использовать ручную разметку в качестве автоматической».

Сохранить метод.

После этого вновь снятая хроматограмма будет автоматически размечаться на основании сохраненной ранее хроматограммы размеченной вручную.



При использовании ручной разметки в качестве автоматической следует учитывать, что «уход» начала и конца пиков не должен превышать 2 – х секунд. В противном случае автоматическая разметка не будет произведена.

Также следует отметить, что пики шириной менее 2 – х секунд не могут быть размечены

Идентификация и градуировка

Идентификация – определение на основании размеченной хроматограммы (т.е. хроматограммы с определенными на ней пиками), наличия в смеси веществ, приведенных в таблице идентификации.

Процесс идентификации не определяет количественного соотношения веществ, он лишь качественно распознает наличие вещества в хроматограмме. Количественный расчет веществ осуществляется в процессе формирования результата.

Для того чтобы войти в режим ГРАДУИРОВКИ необходимо нажать в меню «Выбор режима» кнопку «Градуировка». Внешний вид экрана показан на рис.20.

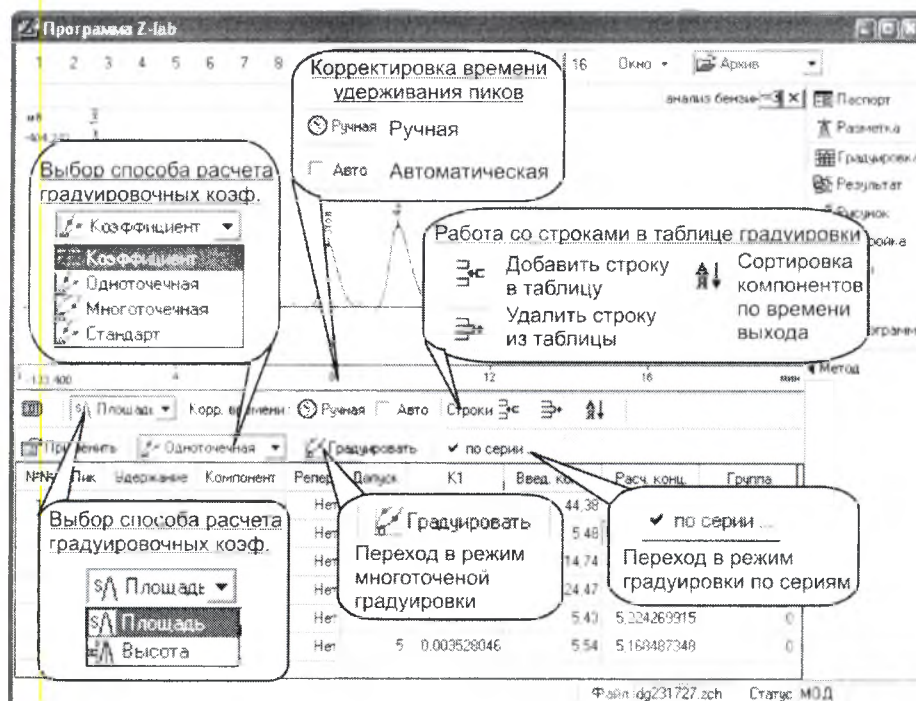
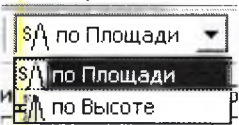
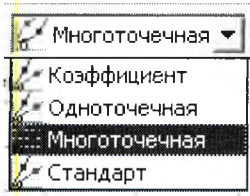
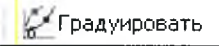
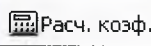
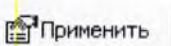


Рис. 20. Режим ГРАДУИРОВКА

В нижнем окне располагается таблица идентификации. Над таблицей располагаются инструменты режима ГРАДУИРОВКА:

Таблица 5. Инструменты режима ГРАДУИРОВКА.

Корректировка времени :	Корректировка времени – функция осуществляет корректировку ожидаемых времен выхода в таблице идентификации. Для идентифицированных пиков ожидаемые времена выходов становятся равными реальным временам выхода пиков. Для неидентифицированных пиков корректировка осуществляется по соседним идентифицированным компонентам. Автоматическая ☐ АВТО корректировка времени – флаг, определяющий будет ли автоматически проводится коррекция ожидаемых времен выхода в таблице по окончании идентификации. ☒ Ручная Ручная корректировка времен удержания
Способ расчета концентрации 	Определяет как будет рассчитываться концентрация компонента : по площади или высоте соответствующего пика.
Работа со строками в таблице идентификации <u>Строки</u>	Инструменты для работы со строками:  Добавить – добавляет строчку в таблицу идентификации.  Удалить – удаляет строчку, на которой в данный момент находится курсор.  Сортировка – сортирует компоненты таблицы идентификации по возрастанию времен выхода.

Выбор способа градуировки 	Ниспадающее меню, позволяющее сделать выбор между способами калибровка: «Коэффициент», «Одноточечная» или «Многоточечная» (см. раздел «Режимы градуировки» ниже).
	Выход в многоточечную градуировку. Функция действует только при способе калибровке – «Многоточечная».
Расчет коэффициентов 	Функция, действующая при способе градуировки «Одноточечная» (см. раздел «Режимы градуировки» ниже). Функция производит расчет коэффициентов на основании введенной концентрации и площадей (или высот).
✓ по серии ...	Выход в градуировку по сериям
	Кнопка, при нажатии на которую выставленные параметры градуировки применяются к текущей хроматограмме.

Вид таблицы идентификации зависит от выбранного способа градуировки (выбирается в меню «Идентификации» над таблицей). Столбцы, не зависящие от способа градуировки приведены ниже:

Колонка «Пик» - номер пика на хроматограмме, который соответствует данному компоненту. Если компонент не идентифицирован, то номер пика равен 0.

Колонка «Время выхода» - определяет ожидаемое время выхода компонента.

Колонка «Репер» - определяет является ли данный пик репером или нет.

Колонка «Допуск» - по данному значению рассчитывается интервал компонента, т.е. интервал от («Время выхода» - «Допуск») до («Время выхода» + «Допуск»), на котором происходит поиск пика.

Колонка «K0» – коэффициент для расчета концентрации. Используется только при способе калибровке «Многоточечная». В остальных случаях этот коэффициент равен 0.

Колонка «K1» – коэффициент для расчета концентрации.

Колонка «К2» – коэффициент для расчета концентрации. Используется только при способе калибровке «Многоточечная». В остальных случаях этот коэффициент равен 0.

Колонка «Расч. конц» - расчетная концентрация для данного компонента, которая получается путем умножения площади (или высоты) на коэффициенты:

$$\text{Расч. Конц.} = K2 \times \text{Площадь}^2 + K1 \times \text{Площадь} + K0$$

В случае, если в качестве способа расчета концентрации выбрано значение «По Высоте» (выбирается в меню «Идентификации» над таблицей), то в вышеуказанной формуле вместо площади подставляется высота:

$$\text{Расч. Конц.} = K2 \times \text{Высота}^2 + K1 \times \text{Высота} + K0$$

Колонка «Введенная концентрация» – концентрация, использующаяся для расчета коэффициентов при способе градуировки «Одноточечная».

Колонка «Группа» - обозначение номера группы компонентов. Используется для расчета общей концентрации нескольких пиков, например пентанов, бутанов и т.д.

Первичная настройка таблицы идентификации

Для настройки метода необходимо проделать следующие действия:

Подготовить калибровочную смесь с заранее известными концентрациями всех компонентов. Произвести съем и разметку хроматограммы.

Войти в режим «Идентификация» (кнопка «Градуировка» в меню «Выбор режима»). Добавить столько новых строчек, сколько компонентов содержится в смеси.

Для каждого компонента ввести его наименование, допуск и признак репера.

В поле «Пик» для каждого компонента ввести номер пика, который соответствует данному компоненту. При этом ожидаемое время выхода компонента установится автоматически равным реальному времени выхода пика.

№№	Пик	Удержание	Компонент	Репер	Допуск	K1	Поправка	Расч. конц.	Группа
1	1	0:46,9	Метанол	Нет	5	1	1	1759,694502814	
2	2	1:05,7	Этанол	Нет	5	1	1	1155,823280438	
3	3	1:20,4	Изопропанол	Нет	5	1	1	834,873082585	
4	4	1:44,4	Пропанол	Нет	5	1	1	914,63206887	
5	5	2:08,4	Изобутанол	Нет	5	1	1	714,327263803	
6	6	3:09,8	Бутанол	Нет	5	1	1	657,577042475	
7	7	4:23,3	Изоамиловый	Нет	5	1	1	382,063033237	
8	8	6:10,8	Амиловый	Нет	5	1	1	331,0940493	

Рис. 21. Вид таблицы идентификации

Далее необходимо провести градуировку (см. разделы «Одноточечная калибровка», «Многоточечная калибровка», «Прямой ввод коэффициентов»). Для того чтобы по окончании градуировки таблица идентификации сохранилась, в методе следует нажать кнопку «Сохранить» в меню «Выбор режима» (верхняя кнопка в правом меню). Коэффициенты и введенные концентрации сохраняются в методе.

Режимы градуировки

Градуировка – процесс подбора коэффициентов для расчета концентраций.

Программа «Z-Lab» предоставляет пользователю возможность использовать несколько режимов градуировки:

Коэффициент. Прямой ввод коэффициентов для расчета концентраций.

Одноточечная. Градуировка по одной градуировочной точке.

Многоточечная. Градуировка по нескольким (в том числе и одной) градуировочным точкам.

Среди возможных режимов градуировки может быть выбран только один.

Прямой ввод коэффициентов (режим «Коэффициент»)

В режиме «Коэффициент» пользователь непосредственно вводит коэффициент «**K1**» для расчета концентрации в поле таблицы идентификации. Коэффициенты «**K0**» и «**K2**» при расчете концентраций равны 0 и на экран не выводятся. Этот режим особенно часто используется при работе с хроматографами, оснащенными ДТП, поправочные

коэффициенты чувствительности которого для различных газов-носителей известны и приведены в ГОСТах.

Одноточечная калибровка

При выборе способа градуировки – «Одноточечная», пользователь осуществляет градуировку (т.е. подбор коэффициентов для расчета концентрации) по одной калибровочной хроматограмме, концентрации компонентов на которой известны.

В этом случае при расчете концентрации (поле «Рассчитанная концентрация» в таблице идентификации) будет использоваться только коэффициент «K1», коэффициенты «K0» и «K2» автоматически обнуляются и в расчете не участвуют.

Порядок проведения одноточечной градуировки.

Снять калибровочную хроматограмму с заранее известными концентрациями веществ. Произвести разметку и идентификацию.

Установить режим одноточечной градуировки.

Для каждого компонента введите известные концентрации в поле «Введенная концентрация». При этом коэффициент «K1» рассчитывается автоматически. Коэффициенты «K0» и «K2» приравниваются к 0.

Сохранить таблицу идентификацию в методе, т.е. нажать кнопку «Метод→Сохранить». Коэффициенты и введенные концентрации сохраняются в методе.

При съеме следующей калибровочной хроматограммы для расчета коэффициентов нет необходимости заново вводить концентрации в поле «Введенные концентрации», достаточно нажать кнопку «Градуировать» и сохранить таблицу идентификации в методе.

Многоточечная градуировка

Многоточечная градуировка используется при сложных градуировочных зависимостях отдельных компонентов. В этом случае вид кривой каждого компонента указывается отдельно. Градуировка осуществляется по нескольким (в том числе и по одной) хроматограммам.

Вызвать режим градуировки можно, выбрав способ градуировки «Многоточечная», поставив курсор на строчку с градуируемым компонентом и нажав кнопку «Градуировать».

Многоточечная	Градуировать	
Кoeffициент	Репер	Допуск
Одноточечная	Нет	5
Многоточечная	Нет	5
Стандарт	Нет	5

Рис. 22. Выбор многоточечной градуировки.

При этом появится окно, в котором вы можете создать новую градуировку или загрузить старую, выбрав ее из списка.

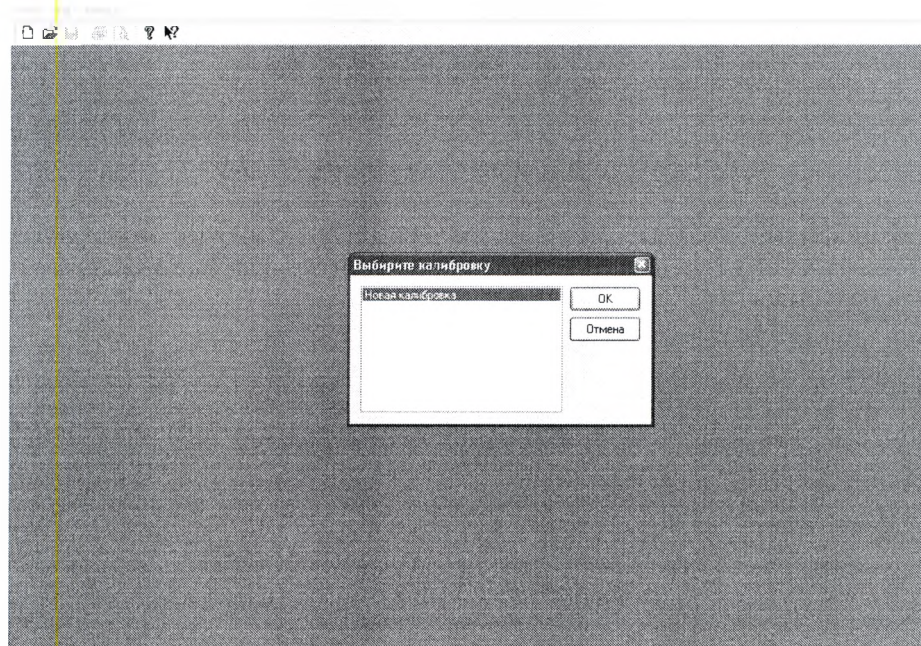


Рис. 23. Режим ГРАДУИРОВКА. «Многоточечная градуировка»

Результаты градуировки (рассчитанные коэффициенты) по умолчанию сохраняются в том методе, из которого была вызвана процедура градуировки.

Окно программы представлено на рис. 24.

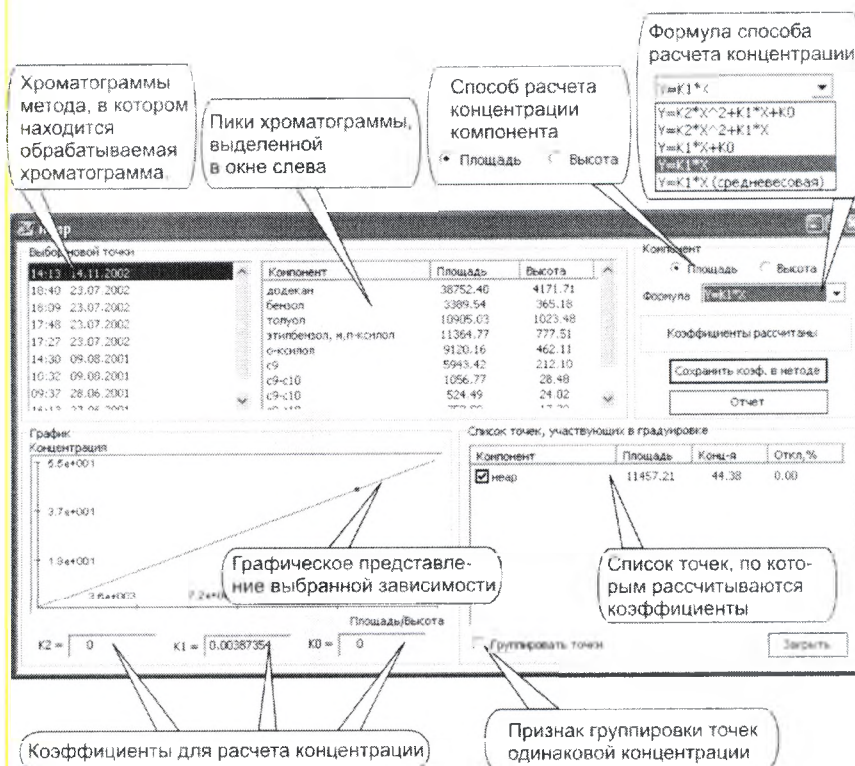


Рис 24. Вид окна программы многоточечной градуировки.

В списке представлены хроматограммы, хранящиеся в методе. При выделении хроматограммы мышкой слева от списка хроматограмм отображается список идентифицированных компонентов, их площадь и высота. Список точек, участвующих в калибровке расположен в правом нижнем углу. Добавление точки к этому списку происходит по двойному щелчку мышкой по строчке таблицы компонентов. При этом программа запрашивает концентрацию компонента, а также использовать ли методику внутреннего стандарта при пересчете концентраций.

Методика пересчета внутреннего стандарта используется в основном при формировании отчета по содержанию алкоголя. При данной методике расчета коэффициент для дальнейшего расчета концентрации компонента зависит не от площади пика, а от отношения площадей двух пиков, и концентрации одного из них, который и принимается за внутренний стандарт.

$$K_{\text{компонента}} = \frac{S_{\text{внутр.станд}}}{S_{\text{компонента}}} \cdot C_{\text{компонента}}$$

При этом концентрация компонента вводится в окне добавления точки к расчету, там же указывается, какой компонент выбирается в качестве внутреннего стандарта.

Внимание! В качестве внутреннего стандарта может быть выбран только один компонент на градуировку.

Рис. 25. Параметры компонента, добавляемого к списку.

Рассчитать коэффициенты можно несколькими способами, используя в качестве основы для расчета как высоту, так и площадь.

Рис. 26 Выбор способа расчета концентрации.

Из предложенного списка необходимо выбрать способ расчета концентрации, столько коэффициентов соответственно будет рассчитано.

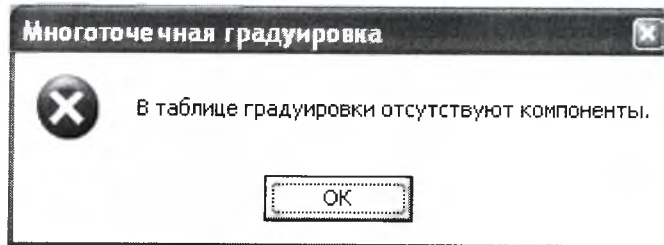
Способ расчета концентрации	Способ расчета коэффициентов
$y = K_1 \cdot x$ $y = K_1 \cdot x + K_0$ $y = K_2 \cdot x^2 + K_1 \cdot x$ $y = K_2 \cdot x^2 + K_1 \cdot x + K_0$	Расчет коэффициентов по методу наименьших квадратов. y – концентрация x – площадь или высота
$y = K_1 \cdot x$ (средневесовая)	Расчет коэффициентов по формуле: $K = \frac{\sum_{i=1}^m y_i \cdot \bar{x}_i}{\sum_{i=1}^m \bar{x}_i^2}, \text{ где}$ y_i – i-тая концентрация $\bar{x}_i$ – средняя площадь или высота m – число возможных концентраций

В зависимости от выбранной формулы расчета программе требуется разное число точек для расчета коэффициентов. Если для выбранной Вами формулы расчета включенных точек недостаточно, сохраняется активной красная надпись:

Не хватает точек для расчета

Сохранить коэф. в методе

При попытке сохранить коэффициенты может появиться следующее сообщение:



Это означает, что в окне, куда Вы пытаетесь сохранить рассчитанные коэффициенты, нет сохраненной таблицы градуировки. Вернитесь в программу Z-Lab, перейдите в метод, куда хотите сохранить хроматограммы, войдите в режим ГРАДУИРОВКА и сохраните там метод.

Порядок проведения многоточечной градуировки

1. Снять калибровочные хроматограммы с заранее известными концентрациями веществ. Произвести разметку и идентификацию.
2. Вызвать программу многоточечной градуировки.
3. Выбрать способ расчета (по высоте или площади) и формулу расчета концентрации.
4. Выбрать точки из хроматограмм для расчета, ввести известные концентрации.
5. Сохранить рассчитанные коэффициенты в необходимый Вам метод.
6. После этого можно снимать хроматограмму для анализа.

Внимание! Многоточечная градуировка проводится для каждого желаемого компонента в отдельности.

Порядок проведения многоточечной градуировки по методу внутреннего стандарта

1. Снять калибровочные хроматограммы с заранее известными концентрациями веществ. Произвести разметку и идентификацию.
2. Вызвать программу многоточечной градуировки.
3. Выбрать способ расчета по высоте и формулу расчета концентрации.
4. Выбрать точки из хроматограмм для расчета, ввести известные концентрации.
5. Поставить галочку «Внутренний стандарт».

6. Выбрать компонент, используемый в качестве внутреннего стандарта. Это будет необходимо сделать только 1 раз.
7. Сохранить рассчитанные коэффициенты в необходимый Вам метод.

После этого можно снимать хроматограмму для анализа.

Стандарт

Данный метод градуировки используется когда необходимо производить градуировку по одному компоненту и пересчитывать коэффициенты для других компонентов по стандартным коэффициентам чувствительности (приведенных в ГОСТ или методиках).

При данном методе градуировки используется калибровка одноточечная, т.е. коэффициенты K_2 и K_0 равны нулю, а рассчитывается лишь коэффициент K_1 .

Помимо стандартных столбцов номера пика, времени удерживания, имени компонента, допуска, коэффициента K_1 и полей введенной и рассчитанной концентраций, присутствует столбец **«Табличный коэффициент»**, который определяет соотношение между коэффициентом компонента, выбранного за стандарт и текущего компонента.

Обычно данный столбец заполняется ГОСТИрованными коэффициентами чувствительности для данного детектора.

Поле «Введенная концентрация» должно быть ненулевым лишь для одного компонента, являющегося стандартом. В противном случае при расчете коэффициентов программа выдаст сообщение об ошибке.

Порядок проведения градуировки по методу стандарта.

1. Выбрать стандарт, т.е. компонент по которому будет производиться калибровка.
2. Подготовить пробу, содержащую стандарт с известной концентрацией.
3. Снять хроматограмму. Перейти в режим ГРАДУИРОВКА. Для стандарта в столбце «Пик» должен содержаться номер пика, который соответствует стандарту.
4. Выйти в режим «Градуировка». В поле, указывающим метод градуировки указать «Стандарт».
5. В таблице градуировки ввести все анализируемые компоненты, включая стандарт. Для всех компонентов заполнить столбец «Табличный коэффициент».

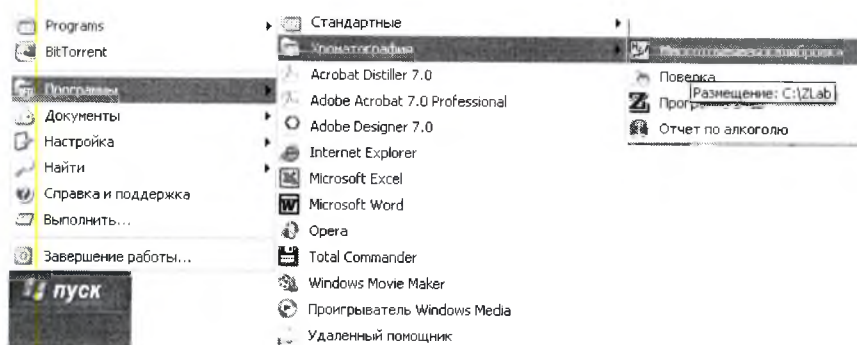
6. Сохранить таблицу в методе, нажав кнопку «Метод→Сохранить» (самая нижняя кнопка в правом меню).
7. Для стандарта ввести в столбец «Введенная концентрация» величину известной для стандарта концентрации.
8. Нажать кнопку «Рассчитать коэффициенты». На вопрос «Сохранить таблицу идентификации в методе» ответить утвердительно. При этом коэффициент стандарта рассчитывается исходя из площади пика и введенной концентрации, а коэффициенты для остальных компонентов будут пересчитаны исходя из табличных коэффициентов.

Теперь можно вкалывать анализируемую смесь и проводить идентификацию анализируемых компонентов.

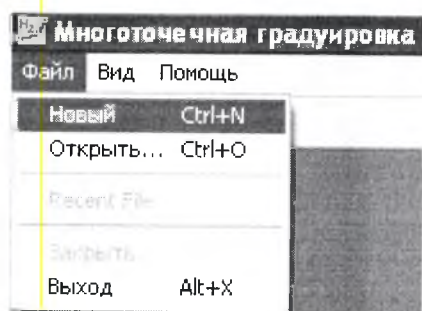
ПРИМЕР 5. Работа с режимом ГРАДУИРОВКА.

Режим «Многоточечная».

Запустит программу многоточечной градуировки через меню «ПУСК»



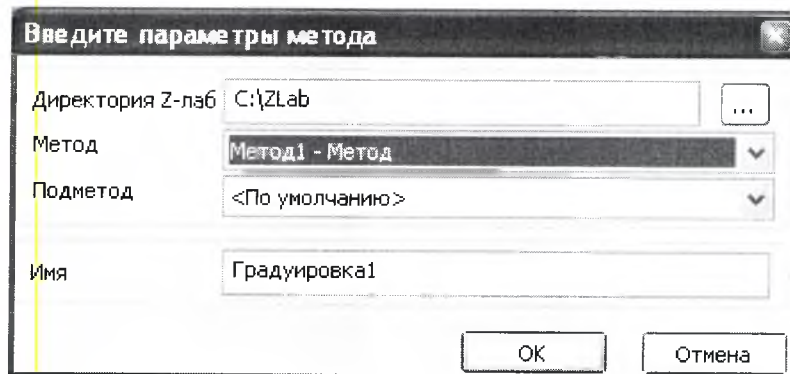
Создайте новую градуировку



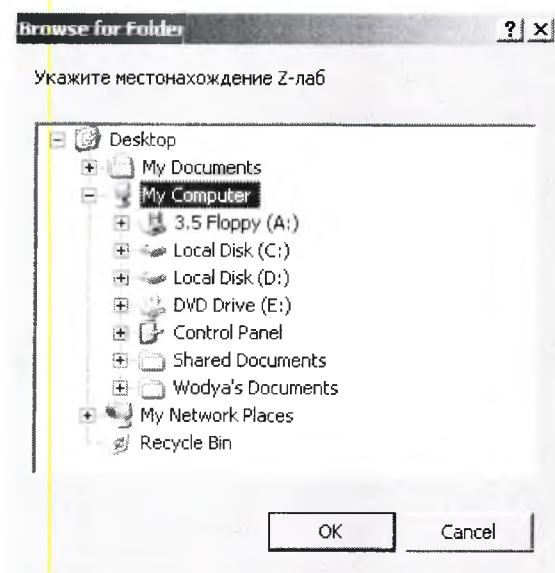
Программа предложит Вам создать новую градуировку, которую Вы можете назвать любым именем.



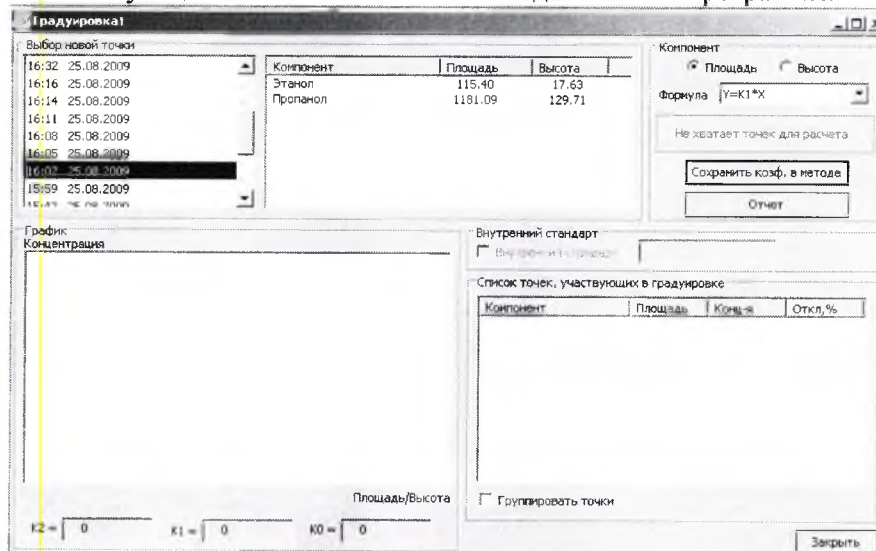
По умолчанию программа использует метод №1, вам необходимо выбрать метод №16, где находятся архивные хроматограммы для работы с примерами.



Если на Вашем компьютере установлено более одной версии *Z-Lab* в разных директориях, Вы можете выбрать с какой версией Вы будете работать. Для этой цели служит кнопка с изображением многоточия, напротив указания пути. При этом открывается стандартное меню указания каталога Windows.



Также необходимо указать метод и подметоды, которые выбираются из соответствующих списков. После этого создается окно программы:



Выберите из списка нужную хроматограмму, затем выберите нужный компонент, щелкните по нему два раза мышкой и в появившемся окне введите концентрацию компонента:

The image shows a dialog box titled "Параметры компонента" (Component parameters). It contains two main sections. The first section, "Параметры компонента", has a "Компонент" (Component) dropdown menu set to "Этанол" (Ethanol), a "Концентрация" (Concentration) text box with the value "0.3", and a checked checkbox "Включить в обработку" (Include in processing). The second section, "Внутренний стандарт" (Internal standard), has a checked checkbox "Внутренний стандарт" (Internal standard) and a "Компонент" dropdown menu set to "Пропанол" (Propanol). At the bottom of the dialog are "ОК" (OK) and "Отмена" (Cancel) buttons.

После этого выбранный компонент добавляется к списку точек, участвующих в калибровке. Как только число точек станет достаточным для расчета, программа рассчитает коэффициенты.

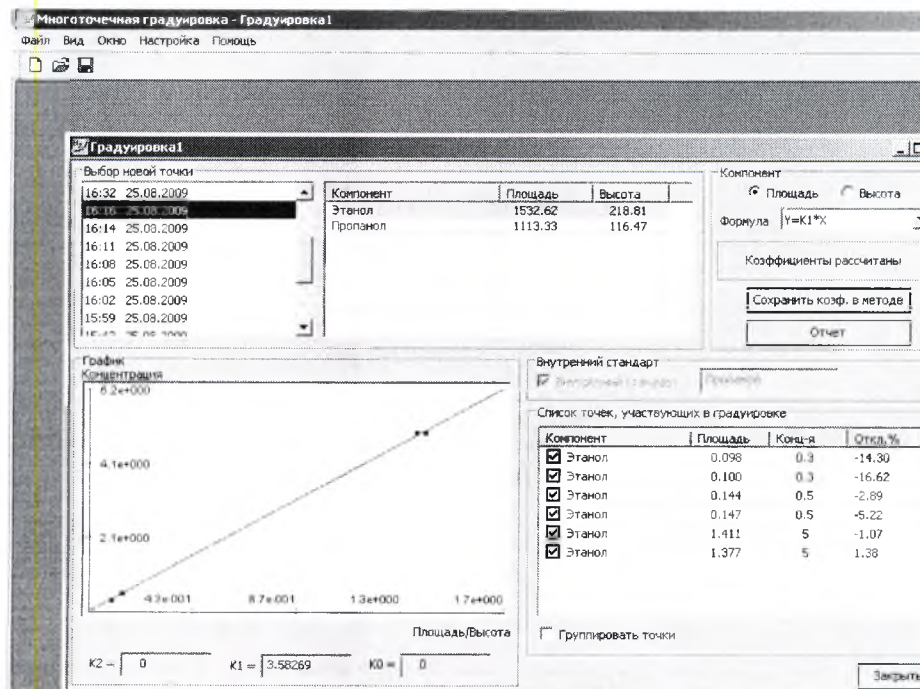


Рис. 28. Вид окна многоточечной градуировки после расчета коэффициентов и построения графика.

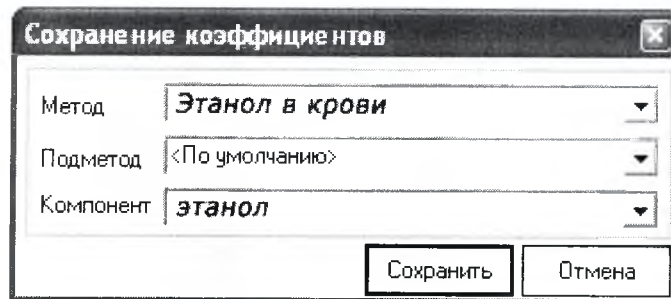
Если после этого продолжить увеличивать число точек, программа после каждого добавления будет рассчитывать отклонение точек от кривой, построенной по усредненным числам.

Исходя из этих чисел, вы можете убрать из расчета точки, дающие наибольшие отклонения и таким образом повысить точность расчета коэффициентов.

Обратите внимание на то, что отображается только та область графика, где расположены участвующие в обработке точки. Т.е. начало координат для отдельных видов анализа на графике может и не отображаться.

Сохраните рассчитанные коэффициенты для калибруемого компонента в нужном методе, нажав на кнопку «**Сохранить коэффициенты в методе**».

В окне выберите метод и подметод, для которого Вы хотите сохранить коэффициенты, а также компонент. Учтите, что сохранить коэффициенты можно только для компонента уже существующего в методе.



Сохраните градуировку, выбрав пункт «Сохранить» в меню «Файл». При необходимости Вы сможете использовать эту градуировку в дальнейшем. Для этого при переходе в режим многоточечной градуировки выбирайте ее из списка или открывайте, используя меню «Файл».

Повторите описанные выше пункты для каждого компонента смеси, каждый раз создавая новую градуировку.

Вернитесь в программу Z-Lab, режим ГРАДУИРОВКА. Нажмите



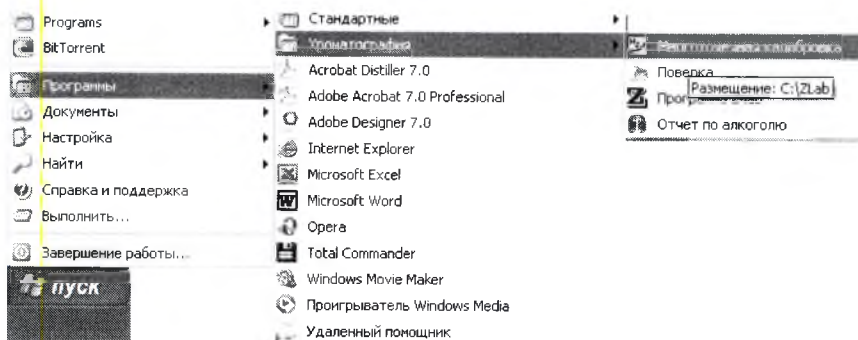
Метод→Загрузить

После этого в текущую таблицу градуировки загружаются рассчитанные коэффициенты.

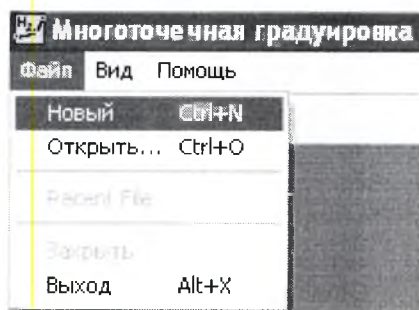
Результаты многоточечной градуировки можно распечатать. Для этого необходимо нажать кнопку «Отчет», расположенную ниже кнопки «Сохранить коэф». Отчет формируется и передается в текстовый редактор Microsoft Word, где его можно отредактировать и сохранить.

Режим «Многоточечная», метод расчета «Внутренний стандарт».

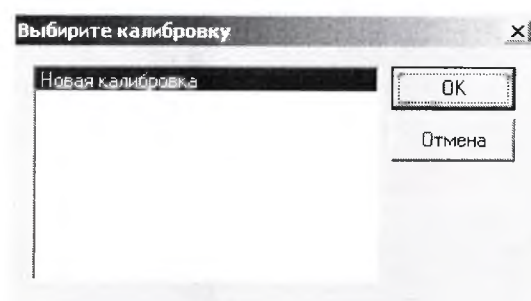
Запустит программу многоточечной градуировки через меню «ПУСК»



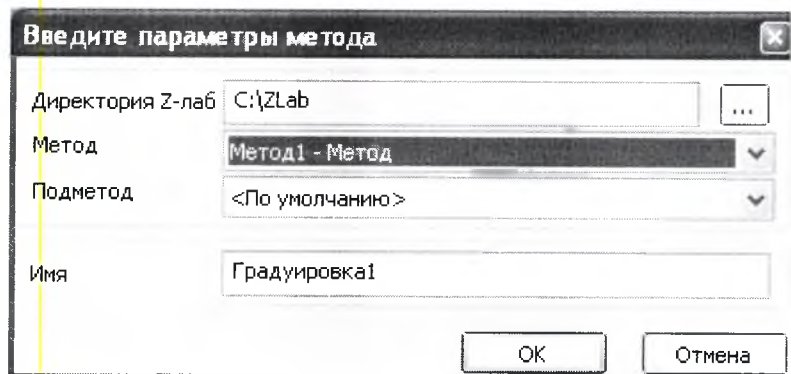
Создайте новую градуировку



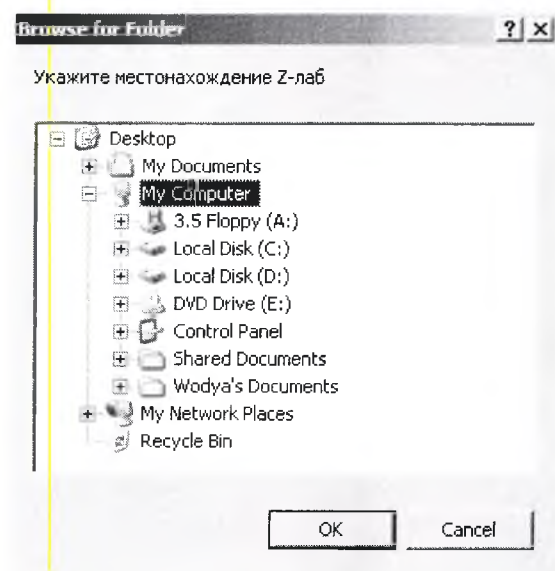
Программа предложит Вам создать новую градуировку, которую Вы можете назвать любым именем.



По умолчанию программа использует метод №1, вам необходимо выбрать метод №16, где находятся архивные хроматограммы для работы с примерами, а также подметод «Многоточечная – внутренний стандарт»



Если на Вашем компьютере установлено более одной версии *Z-Lab* в разных директориях, Вы можете выбрать с какой версией Вы будете работать. Для этой цели служит кнопка с изображением многоточия, напротив указания пути. При этом открывается стандартное меню указания каталога Windows.



После этого создается окно программы:

Щелкните мышкой на первой хроматограмме, справа появится список размеченных компонентов на этой хроматограмме. Щелкните два раза мышкой на точке «Этанол». Появится окно добавления точки. Введите концентрацию этанола (сверяясь со значением в комментариях к хроматограмме), в щелкните мышкой на флажке «*внутренний стандарт*», а в качестве внутреннего стандарта – Пропанол

Повторите эту процедуру для оставшихся хроматограмм. Обратите внимание, что при добавлении новых точек выбирать внутренний стандарт уже не требуется.

В качестве зависимости выберите линейную:

$Y=K1*X$
 $Y=K2*X^2+K1*X+K0$
 $Y=K2*X^2+K1*X$
 $Y=K1*X+K0$
 $Y=K1*X$
 $Y=K1*X$ (средневесовая)

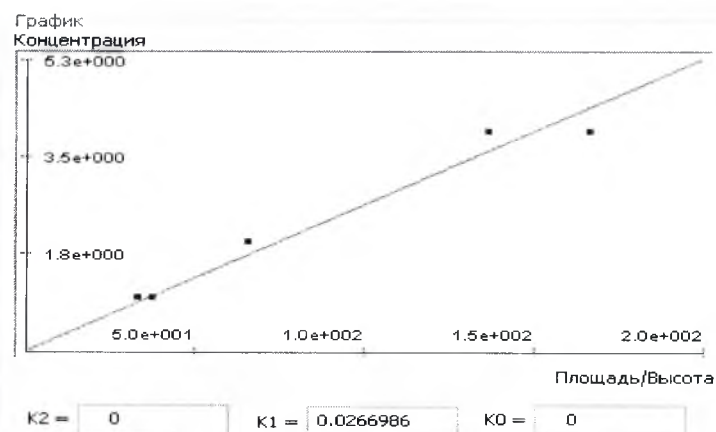
Для такого типа зависимости достаточно одной точки, поэтому при добавлении второй и третьей точек начинается расчет отклонений, которые приводятся в крайнем правом столбце.

Список точек, участвующих в градуировке

Компонент	Площадь	Конц-я	Откл, %
☒ Этанол	0.098	0.3	-14.30
☒ Этанол	0.100	0.3	-16.62
☒ Этанол	0.144	0.5	-2.89
☒ Этанол	0.147	0.5	-5.22
☒ Этанол	1.411	5	-1.07
☒ Этанол	1.377	5	1.38

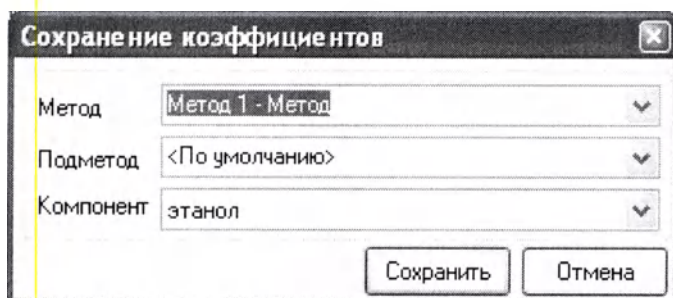
☐ Группировать точки

Получится вот такая кривая:



Сохраните рассчитанные коэффициенты для калибруемого компонента в нужном методе, нажав на кнопку «**Сохранить коэффициенты в методе**».

В окне выберите метод и подметод, для которого Вы хотите сохранить коэффициенты, а также компонент. Учтите, что сохранить коэффициенты можно только для компонента уже существующего в методе.



Вернитесь в программу Z-Lab, режим ГРАДУИРОВКА. Нажмите



Метод→Загрузить

После этого в текущую таблицу градуировки загружаются рассчитанные коэффициенты.

Архив

Режим АРХИВ служит для считывания и просмотра, ранее снятых хроматограмм. Хроматограммы заносятся в архив автоматически после их завершения.

Вход в режим «Архив» происходит по нажатию одноименной клавиши в меню «Выбор режима».

Диалоговое окно режима состоит из списка, в котором перечисляются хроматограммы, содержащиеся в архиве данного Метода, и текстового окна. В текстовом окне выводятся непустые значения полей паспорта отмеченной хроматограммы (см. рис 12).

В списке перечислены даты/времена съема хроматограмм, содержащиеся в архиве. Хроматограммы перечислены в порядке увеличения времени, т.е. вверху списка содержится самая поздняя по моменту запуска хроматограмма.

В списке так же отображается состояние хроматограммы: самая верхняя может иметь статус «Текущий», что отмечается стилизованной буквой Z.

Если хроматограмма загружена в архив, она отмечается пиктограммой и одновременно квадратиком, показывающий выбранный для графика в верхнем окне цвет (см. раздел «Рисунок»).

При нажатии кнопки «Открыть» выделенная хроматограмма загружается в окно архива.

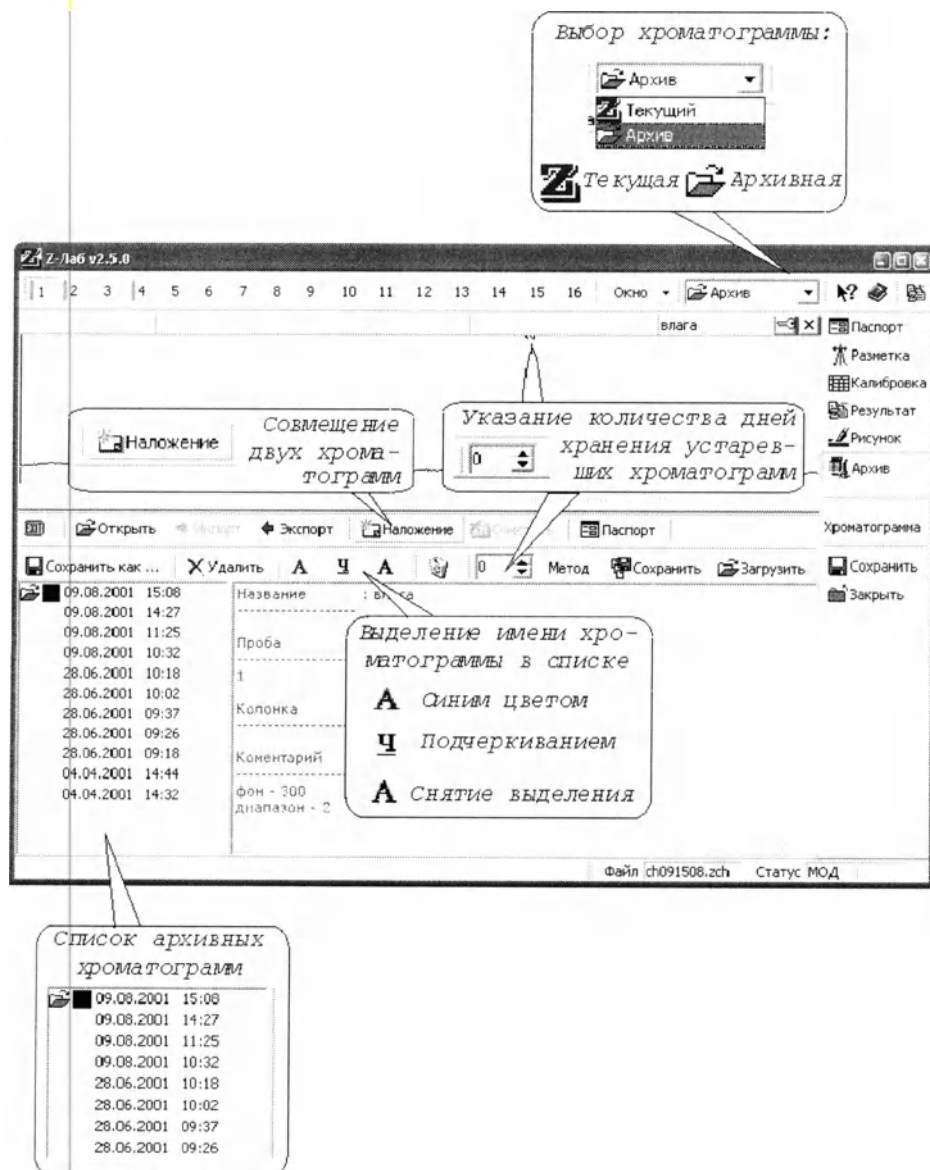


Рис. 32. Режим АРХИВ.

Если ранее загруженная хроматограмма подвергалась модификации (активен индикатор МОД в нижней части нижнего окна), то предварительно следует запрос на сохранение закрываемой хроматограммы.

При открытии хроматограммы она загружается в окно архива для текущего метода.

При нажатии кнопки **«Наложение»**, выделенная хроматограмма накладывается на график, расположенный в верхнем окне. Цвет наложенной хроматограммы определяется режимом **«Рисунок»** и индицируется квадратиком соответствующего цвета в списке хроматограмм.

Одновременно может быть наложено до трех хроматограмм, которые проявляются в верхнем окне независимо от состояния **«Текущий»** или **«Архивный»**.

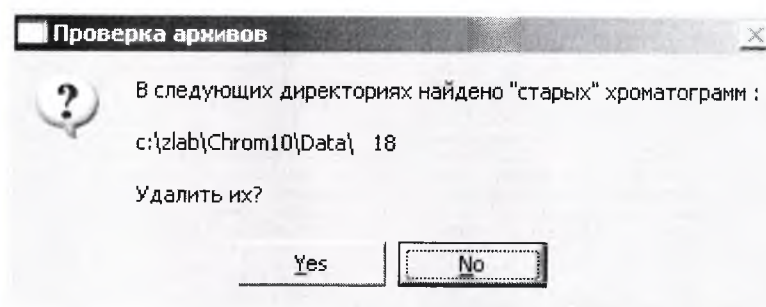
Нажатие кнопки **«Очистить»** снимает наложение последней из наложенных хроматограмм.

При нажатии кнопки **«Удалить»** выделенная хроматограмма после подтверждения уничтожается. Однако, если в данный момент она загружена в память компьютера, то при применении команды **«Хроматограмма→Сохранить»** она будет восстановлена в архиве. И только после закрытия, выхода из программы или загрузки другой хроматограммы она будет утрачена безвозвратно.

Удалить хроматограммы можно и при помощи режима предельного срока хранения. Для этого в правой стороне командной линейки диалогового окна расположено числовое поле, в котором задается предельный срок хранения в данном Методе.



Если параметр этого поля равен нулю, то режим отключен. При ненулевом значении активируется расположенная рядом командная кнопка с изображением корзины. При нажатии на нее следует подтверждение запроса на удаление просроченных хроматограмм и в случае получения такового, просроченные хроматограммы удаляются.



Кроме того, наличие ненулевых сроков хранения проверяется при запуске программы и, если обнаруживаются просроченные хроматограммы, то следует запрос на удаление и после получения положительного ответа, старые хроматограммы также удаляются.

Скопировать хроматограмму можно при помощи клавиши **«Сохранить как...»**. После ее нажатия вызывается стандартная функция копирования файлов. Диалог «Сохранение» позволяет сохранить файл хроматограммы в любой директории, но под тем же именем. В нижней части окна пользователь может выбрать раздел жесткого диска, на котором он хочет сохранить файл хроматограммы. В поле «Папки» выбирается директория, в которой пользователь хочет сохранить файл. При желании сохранить файл на сетевом диске необходимо нажать кнопку «Сеть...». После выбора местоположения файла на диске необходимо нажать кнопку «ОК».

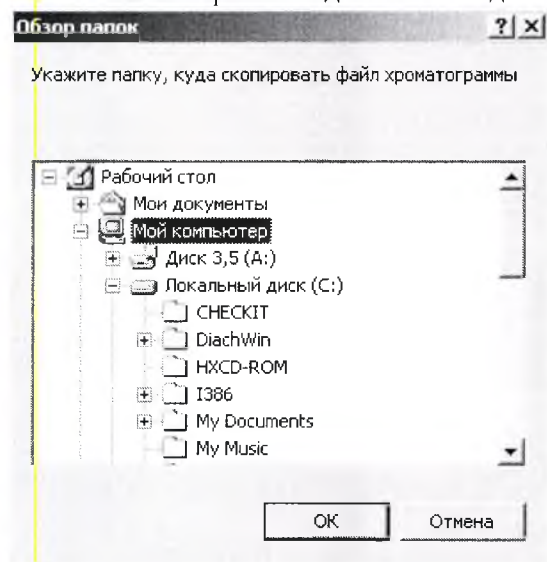


Рис. 34. Сохранение хроматограммы.

Нажатие клавиши **«Паспорт»** приводит к выводу окна с паспортом выделенной хроматограммы.

ПРИМЕР 7. Работа с архивными хроматограммами.

В меню выбора метода выберите метод №16.

В меню выбора режима выберите режим АРХИВ.

Из списка архивных хроматограмм выберите любую, выделив ее мышкой.

Либо двойным щелчком мышки на имени хроматограммы, либо нажав кнопку ОТКРЫТЬ, загрузите хроматограмму в окно.

Попробуйте что-либо изменить в разметке хроматограммы или таблице градуировки.

Сохраните хроматограмму и метод, нажав кнопку «Хроматограмма»→«Сохранить» и «Метод»→«Сохранить»



Введите предельный срок хранения хроматограмм 1 день.

Закройте программу и запустите ее заново. Вы увидите сообщение о подтверждении удаления «старых» хроматограмм (если конечно же такие есть)

Загрузите еще раз в окно первую из архивных хроматограмм из 15 метода (калибровка на бензол в бензине).

В методе находятся 3 хроматограммы за различное время. При помощи функции наложения хроматограмм посмотрите как различаются времена выходов пиков на одном приборе и как они различаются на разных. Необходимые пояснения даны в паспортах хроматограмм.

Выделите мышкой следующую хроматограмму и нажмите кнопку «Наложение».

Вы увидите, как на открытую хроматограмму накладывается еще одна (правда уже без параметров разметки и идентификации пиков).

Кнопками PgUp и PgDown можно передвигать наложенную хроматограмму вверх и вниз соответственно.

Воспользуйтесь этой функцией для еще 2-х хроматограмм (всего можно одновременно наложить 3 хроматограммы).

Разнесите хроматограммы по высоте так, как показано на рис.31, чтобы каждая хроматограмма была отдельно видна на экране.

Вставьте маркер на склоне пика неароматики.

Нажмите кнопку 5 на вспомогательной клавиатуре.

Клавиша включения
дополнительной клавиатуры

Клавиша совмещения
хроматограмм в точке
пересечения маркера с
основной хроматограммой



Вы увидите, что все наложенные хроматограммы совместились в одном месте – пересечения маркера с основной хроматограммой (открытой в окне)

Настройка

Режим НАСТРОЙКА позволяет создавать подметоды в текущем методе. Каждый подметод является независимым, т.е. имеет собственные параметры управления, разметки и градуировки. Данная функция существует для увеличения числа методов в рамках одной программы.

Основное отличие метода от подметода состоит в том, что хотя подметоды и являются независимыми друг от друга даже в рамках одного метода, но два подметода в одном окне не могут быть одновременно запущены на выполнение анализа.

Войти в режим НАСТРОЙКА можно нажатием на соответствующую кнопку в меню выбора режимов.

Кнопки «Создать» и «Удалить» служат соответственно для создания нового подметода и удаления метода, выделенного мышкой в списке подметодов. Два флажка служат для задания способов загрузки метода:

☒ При открытии окна выбирать метод из списка

- При первом выборе метода будет выводиться список подметодов, из которого выбирается нужный.

☐ При старте анализа редактировать паспорт

- При нажатии на кнопку «Анализ» в выбранном из списка подметоде, автоматически будет загружаться ПАСПОРТ, для внесения данных о хроматограмме.



Следует отметить, что выбранные параметры загрузки подметода (выбор метода из списка, редактирование паспорта) действуют для всех подметодов в методе, а не только для выделенного в настоящий момент в списке методов.

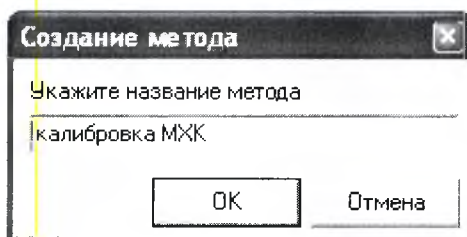
ПРИМЕР 8. Работа с режимом НАСТРОЙКА.

В данном примере создадим дополнительно к методу градуировки подметоды калибровок на различных хроматографах.

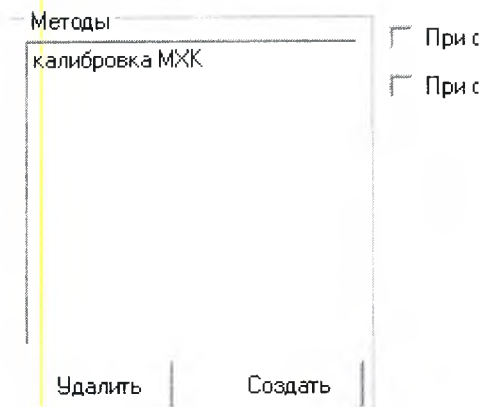
Выберите в меню режима режим НАСТРОЙКА.
В появившемся окне нажмите кнопку «Создать».



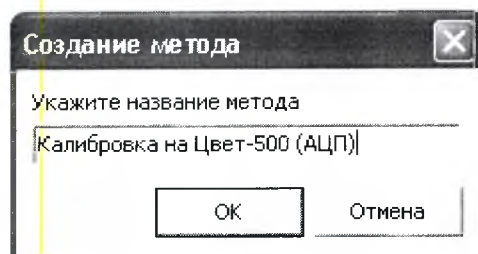
Программа попросит Вас ввести имя подметода, введите имя «Градуировка на МХК» и нажмите кнопку «Ok».



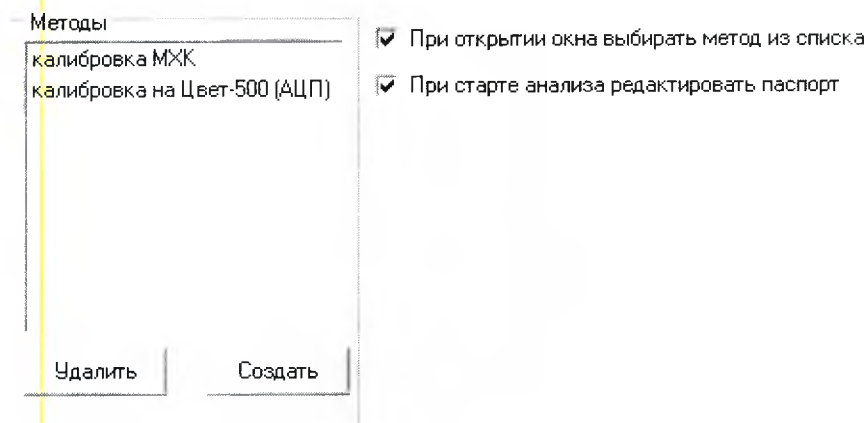
Данный подметод отобразится в списке



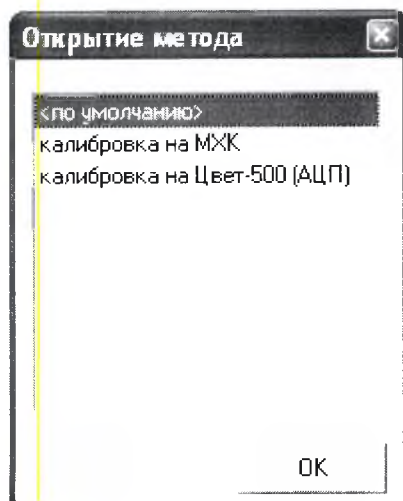
Снова нажмите кнопку **«Создать»**.
Введите имя *«Калибровка на Цвет-500 (АЦП)»*.



Данные о способе загрузки подметодов устанавливаются для всех подметодов. Установите оба флажка:

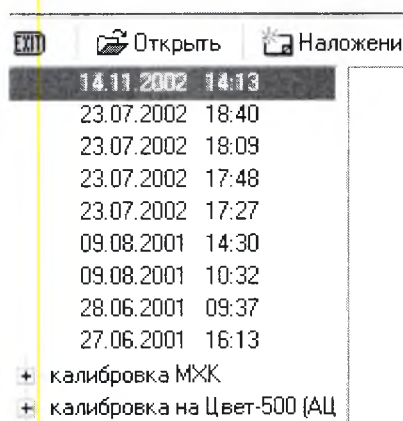


Теперь закройте метод, а затем снова откройте. Вы увидите список подметодов метода:



Выберите подметод «Градуировка на МХК», войдите в режим УПРАВЛЕНИЕ и нажмите кнопку **Анализ**. Программа автоматически вызовет режим ПАСПОРТ, в котором Вы можете внести данные по Вашему усмотрению.

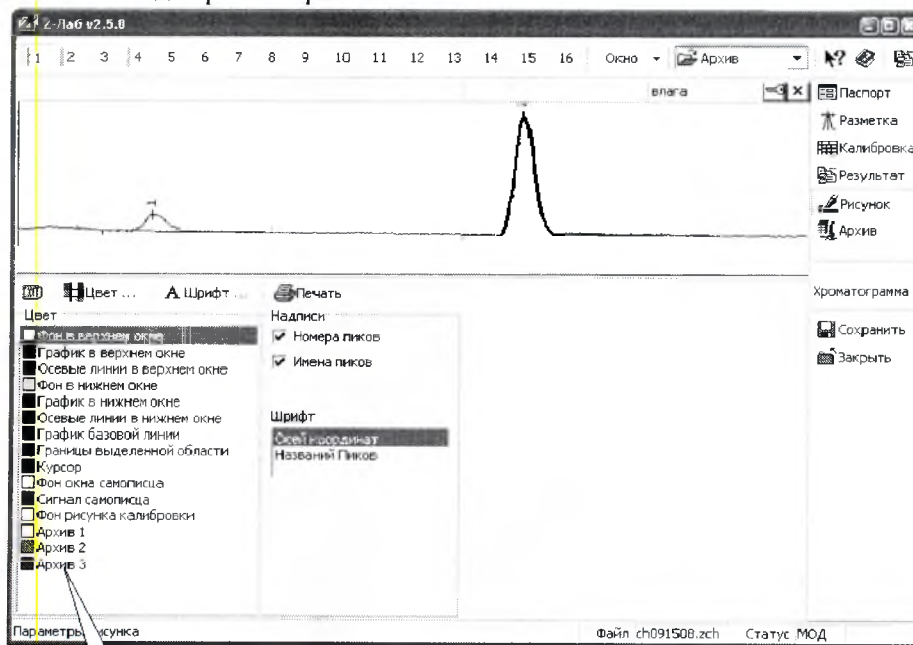
Теперь зайдите в режим АРХИВ. Вы увидите, что к списку отснятых хроматограмм в методе добавились две строки, в которых будут содержаться хроматограммы, относящиеся к подметодам.



Для того, чтобы получить доступ к хроматограммам, хранящимся в подметодах, необходимо нажать на маленькие плюсы справа у имени подметода в списке архивных хроматограмм.

Рисунок

Диалоговое окно режима «Рисунок» содержит элементы для настройки внешнего вида хроматограммы.



При двойном щелчке активизируется окно выбора цвета для элемента

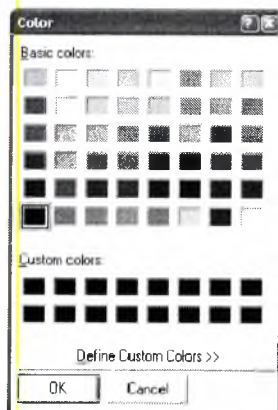


Рис.36. Режим РИСУНОК.

Слева в нижнем окне расположена группа настроек интерфейса. В двух окнах происходит настройка элементов интерфейса. Для настройки соответствующего элемента необходимо произвести двойной щелчок на названии соответствующего элемента в окне. При этом вызывается диалог настройки. Для элементов расположенных в окне «Цвет» происходит настройка цветов, а для элементов расположенных в окне «Шрифт» – шрифтов.

Слева расположена группа «Надписи», которая определяет, что необходимо отображать в метке пиков.

Метка пика в программе «Z-Lab» состоит из номера и/или имени компонента и/или расчетной концентрации. Если ни один из флажков не выставлен, то пики никак не отмечаются. Исключение - режим «Разметка», где пики отмечаются номерами, вне зависимости от флажков, установленных в режиме «Рисунок».

Команда «Печать» приводит к выводу диалога печати. При этом на печать выводится фрагмент хроматограммы, который находится в верхнем окне.

ПРИМЕР 9. Работа с режимом РИСУНОК.

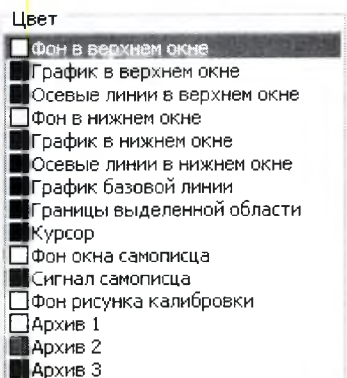
!Внимание! Выбранные настройки будут действовать на отображение хроматограммы во всех методах.

Весьма вероятно, что выставленные по умолчанию цвета окон, графиков и т.п. не устроят Вас. В этом случае программа предоставляет Вам возможность настроить все это по своему вкусу и настроению.

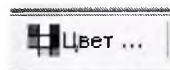
Запустите программу, выберите любой метод, т.к. независимо от выбранного метода, настройки будут применяться ко всей программе в целом.

Выберите режим РИСУНОК.

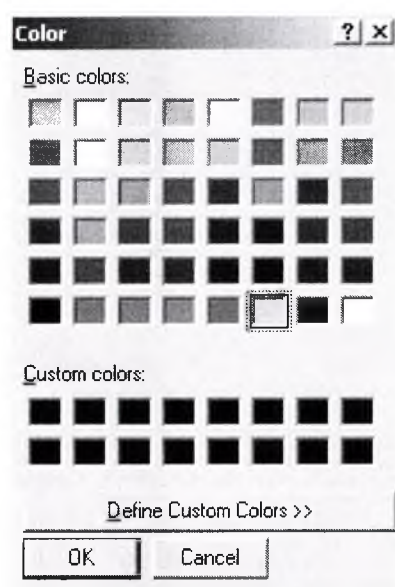
В списке выбора элементов, доступных для изменения цвета, выберите любой, какой вы хотите изменить.



Либо щелкните 2 раза мышкой на выбранном элементе, либо нажмите кнопку, чтобы вызвать диалог настройки цвета.



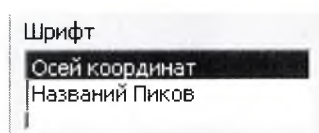
Программа выдаст окно настройки цвета, в котором вы можете выбрать цвет из предложенных или сформировать свой собственный цвет.



Настроить свой собственный цвет вы можете нажав кнопку

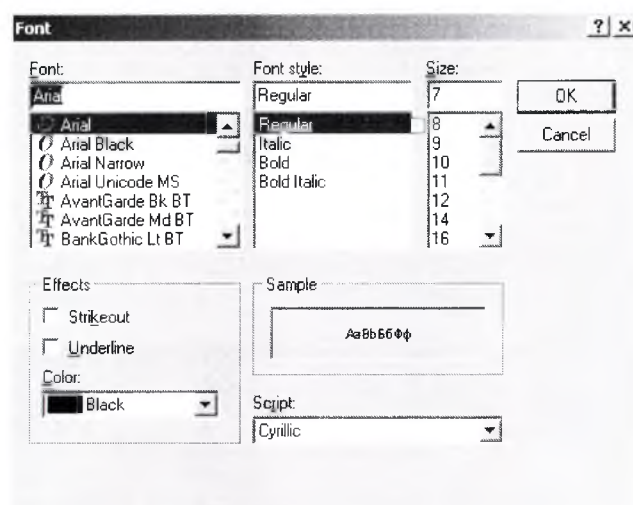


Выделите мышкой элемент, для которого вы будете определять тип шрифта



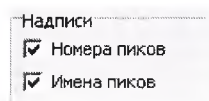
Нажмите кнопку чтобы определить шрифт надписей в окнах. **А** Шрифт ...

По
на



умолчанию

хроматограмме указываются имена и номера пиков, но Вы можете настроить по Вашему желанию.



Установка флага у соответствующего пункта отображает его в окне хроматограммы.

Результат

Прежде чем описывать этот режим, хотелось бы отметить, что количество методов расчета в данной программе не ограничено, и их число и назначение определяется пользователем. То, что описано ниже, может служить примером, но ни в коем случае не стоит полагать, что предлагаемый набор методов является фиксированным.

Так, в описываемых методах отсутствуют понятия индексов и теоретических тарелок. Однако, пользуясь рекомендациями, изложенными в разделе «Результат. Взгляд изнутри», пользователь может самостоятельно разработать (и включить его в режим «Результат») нужный ему расчет. В любом случае, вы можете обратиться к разработчикам.

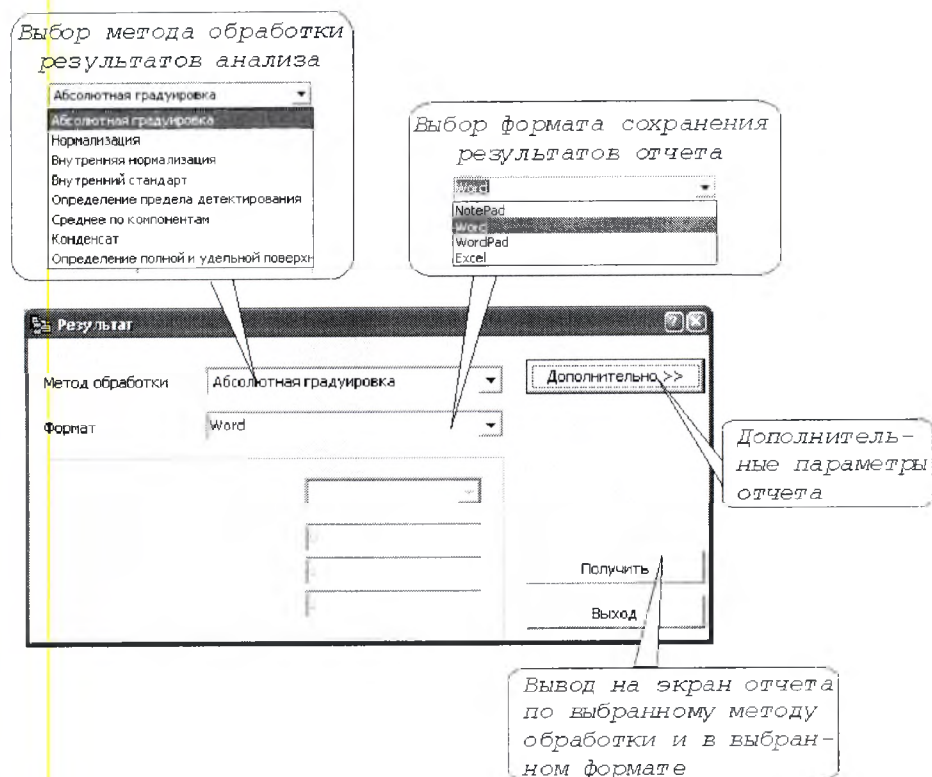


Рис.38. Режим РЕЗУЛЬТАТ.

Режим РЕЗУЛЬТАТ предназначен для получения отчета о сделанном хроматографическом анализе. Диалоговое окно режима содержит три группы элементов:

Метод обработки. В данном элементе указывается метод обработки результата. На данный момент в программе заложены следующие методы обработки: Абсолютная градуировка, Нормализация, Внутренняя нормализация, Внутренний стандарт и Определение предела детектирования. Описание работы всех методов можно найти в разделе «Методы обработки».

Формат. Определяет редактор, в котором будет сформирован отчет. Поддерживается 4 типа редакторов:

Notepad. Самый простой текстовый редактор Windows.

Wordpad. Также довольно простой редактор, но поддерживающий дополнительные функции.

Word. Мощный текстовый редактор. Чтобы воспользоваться данным редактором необходимо установить MS Office.

Excel. Редактор электронных таблиц. Чтобы воспользоваться данным редактором необходимо установить MS Office.

По умолчанию все числа в отчете имеют 4 знака после запятой. Пользователь может изменить точность отображения чисел. Для этого в данном поле после наименования формата вводят двоеточие и число знаков после запятой от 0 до 9. Например, после выбора формата «Word» в конец дописывается точность в 7 знаков и получается «Word:7». Теперь все числа будут представляться с семью знаками после запятой.

Дополнительные поля, которые используются для указания дополнительных параметров. Данные поля имеют различное назначение для различных методов обработки (см. раздел «Методы обработки»). В частности, для внутреннего стандарта добавляются два поля для имени стандарта и его количестве.

Кнопка «**Получить**» выводит на экран отчет по выбранному методу обработки и в выбранном формате.

Кнопка «**Дополнительно**» расширяет диалоговое окно дополнительными параметрами (рисунок 36).

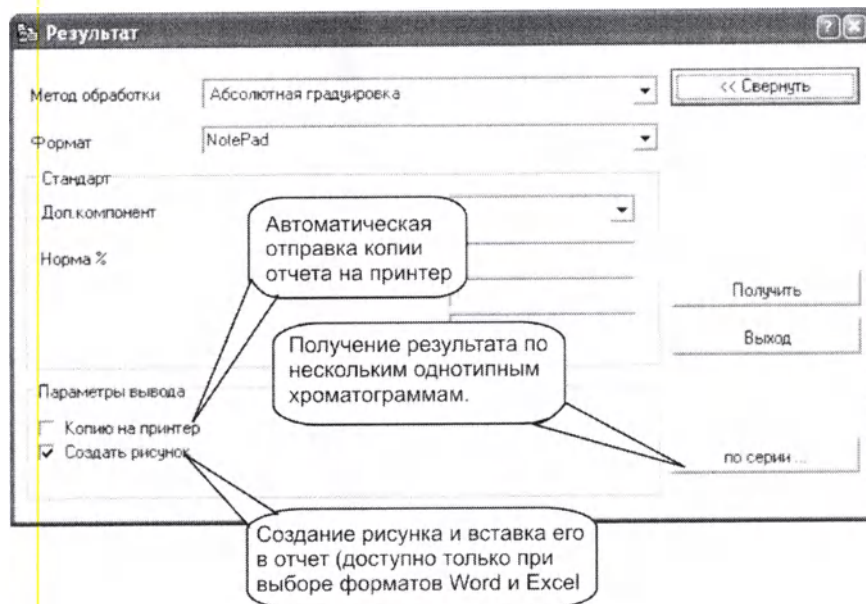
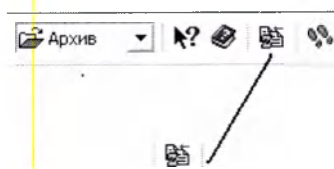


Рис.39. Режим РЕЗУЛЬТАТ с дополнительными параметрами.

В группе «**Параметры вывода**» указывается что именно необходимо включать в отчет (Паспорт, параметры управления, технические данные, комментарии, рисунок).

Убрать дополнительные параметры можно нажав кнопку «**Свернуть**».

Вы можете намного быстрее получать отчеты, если от анализа к анализу параметры расчетов и печати не меняются. В этом случае используется кнопка в меню выбора метода для быстрого получения отчета по установленным параметрам:



Методы обработки

Данный раздел описывает доступные на настоящий момент методы обработки из режима «Результат» (см. раздел «Результат»). Список данных методов не является фиксированным и может пополняться как

самостоятельно пользователями, так и разработчиками, при поступлении соответствующего заказа.

Ниже приведен список методов, реализованных в настоящее время.

Список сокращений:

C - концентрация компонента,

S - площадь или высота пика в зависимости от выбранной базы расчета (см. раздел «Идентификация»),

$\sum S_i$ - сумма площадей всех пиков на хроматограмме (включая неидентифицированные),

K_2, K_1, K_0 - коэффициенты пропорциональности при пересчете площади или высоты в концентрацию,

Абсолютная градуировка.

При этом концентрации рассчитываются по формуле.

$$C_i = K_2 A_i^2 + K_1 A_i + K_0$$

Дополнительно можно ввести наименование дополнительного компонента, который физически присутствует в анализируемой смеси, но фактически не выходит на хроматограмме. В этом случае концентрация дополнительного компонента рассчитывается как Норма – суммарная концентрация всех присутствующих компонентов в смеси.

Нормализация (Интегратор)

Расчет концентраций в % по формуле

$$C_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \cdot \text{Норма}\%$$

где Норма – произвольное значение в процентах

Внутренняя нормализация

Расчет концентраций в % по формуле

$$C_i = \frac{K_2 A_i^2 + K_1 A_i + K_0}{\sum (K_2 A_i^2 + K_1 A_i + K_0)} \cdot \text{Норма}\%$$

В данном случае суммирование в знаменателе проводится только по идентифицированным пикам.

Внутренний стандарт

Для обработки данных методом внутреннего стандарта необходимо, чтобы в исследуемом образце был сам стандарт – какое-либо вещество с известной концентрацией, а также известны коэффициенты чувствительности исследуемого соединения по отношению к внутреннему стандарту. При этом определяется концентрация только одного соединения в многокомпонентной смеси, в которой также присутствует стандарт. Расчет количества компонентов по следующей формуле. В данном случае используются дополнительные поля для задания имени и количества компонентов.

$$Q_i = Q_{CT} (K_2 A_i^2 + K_1 A_i + K_0) / (K_2^{CT} A_{CT}^2 + K_1^{CT} A_{CT} + K_0^{CT})$$

где величины с индексом (ст) относятся к стандарту.

Определение предела детектирования.

В комплект поставки входит программа для определения шума, дрейфа и предела детектирования вашего прибора в соответствии с ГОСТ Р 26703-93 (в ред. 01.01.1999 г.).

Среднее по компонентам.

Расчет усредненной концентрации по нескольким одинаковым компонентам, имеющим одинаковые имена в таблице идентификации.

Конденсат.

Расчет суммарной концентрации по нескольким компонентам, в том числе не имеющих имен в таблице идентификации.

Определение шума.

Расчет по хроматограмме шума и дрейфа детектора.

Получение результата по сериям.

Этот режим предназначен для получения усредненного результата по серии однотипных анализов. Для того, чтобы перейти в этот режим необходимо нажать кнопку «по сериям» в окне режима РЕЗУЛЬТАТ. Внешний вид окна приведен на рис.37.

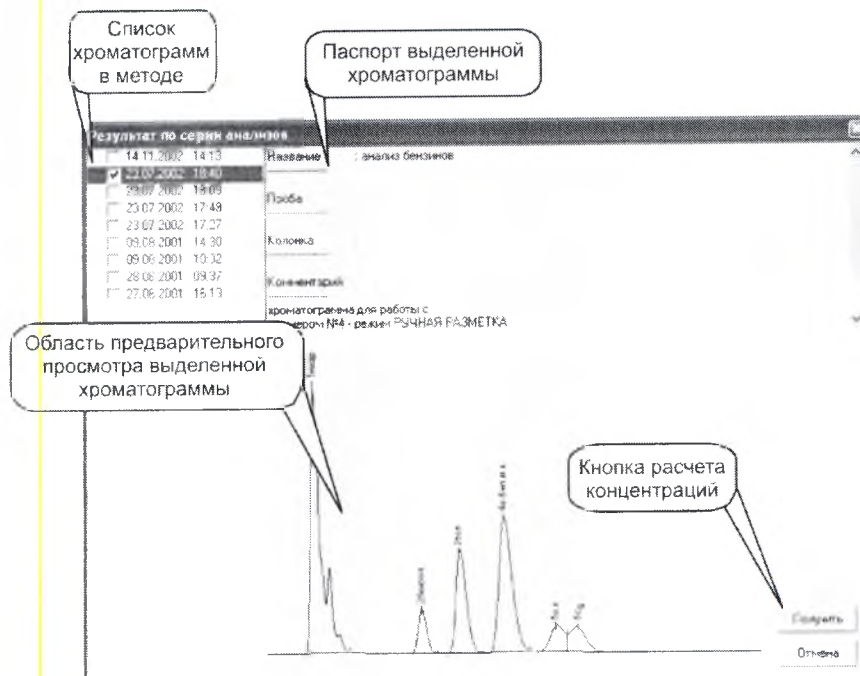


Рис. 40. Внешний вид окна получения результата по сериям.

Слева расположен список хроматограмм, находящихся в методе и доступных для получения результата по сериям. При выделении хроматограммы мышкой справа отображается ее рисунок и паспорт. Режим получения результата по сериям очень похож на проведение градуировки по сериям и имеет те же ограничения на использование. Получать результат по серии хроматограмм можно с использованием любого метода. Расчет окончательных концентраций компонентов происходит следующим образом: по серии хроматограмм рассчитываются усредненные промежуточные концентрации, полученные в результате градуировки, которые затем используются для расчета окончательных концентраций по выбранному в режиме РЕЗУЛЬТАТ методу.

ПРИМЕР 10. Использование различных методов расчета для получения результата.

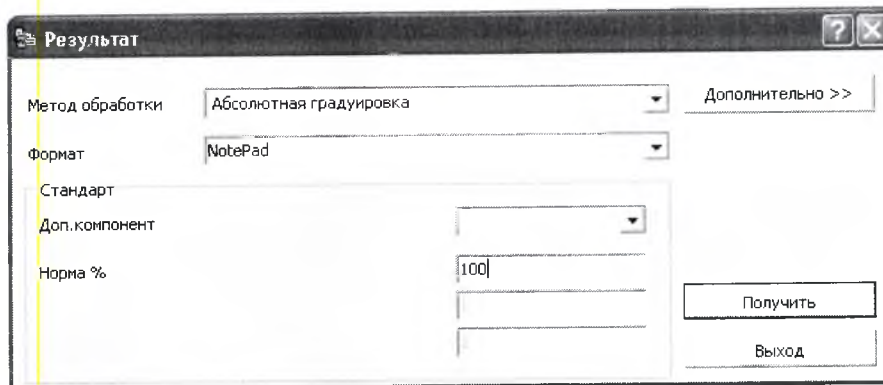
Замечание!

Следует различать методы обработки в режиме РЕЗУЛЬТАТ и метода обработки в режиме ГРАДУИРОВКА. Режим ГРАДУИРОВКА служит для

расчета первичных, промежуточных концентраций компонентов, которые затем используются для окончательных расчетов в режиме РЕЗУЛЬТАТ. Например, в режиме ГРАДУИРОВКА вы используете метод «Коэффициент», при котором используется только один коэффициент для расчета концентрации (K_1), но при этом вы можете выбрать любой другой метод обработки в режиме РЕЗУЛЬТАТ, в частности «Внутренний стандарт», так как все необходимые параметры расчета Вы вводите в режиме РЕЗУЛЬТАТ.

Абсолютная градуировка.

1) Выберите в методе №16 хроматограмму анализа бензина, проградуированную по методу многоточечной градуировки. Вызовите режим РЕЗУЛЬТАТ и выберите метод расчета *Абсолютная градуировка* и формат *NotePad*. Значение нормы введите 100 (%). Нажмите кнопку «Получить».



В отчете вы увидите, что для каждого компонента выводится время выхода, высота, площадь и концентрация.

2) Загрузите в методе №16 хроматограмму анализа углеводородной смеси, проградуированную по методу «Коэффициент». Выберите способ расчета *Абсолютная градуировка*, в качестве дополнительного компонента введите H2 (водород) и значение нормы 20 (%).

Результат

Метод обработки: Абсолютная градуировка

Формат: NotePad

Стандарт:

Доп. компонент: H2

Норма %: 20

Получить

Выход

Параметры вывода

☒ Копию на принтер

☒ Создать рисунок

Вы увидите, что суммарная концентрация компонентов, в том числе и дополнительного, составляет 80 % (т.е. 100 % - 20%).

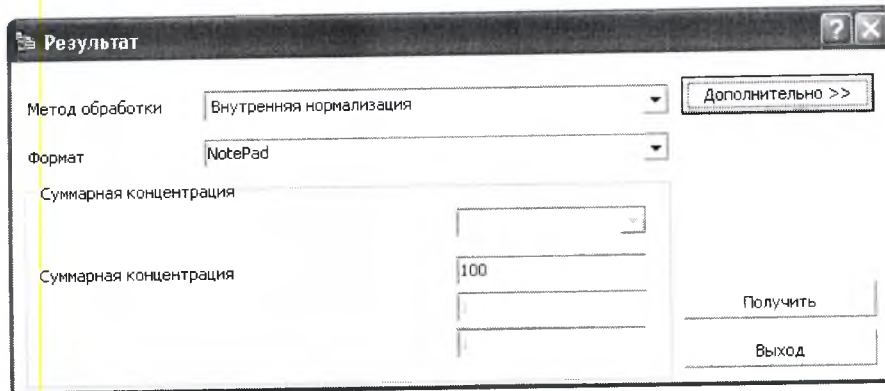
Нормализация.

1) Выберите в методе №16 хроматограмму анализа углеводородной смеси, проградуированную по методу «Коэффициент». Зайдите в режим «ГРАДУИРОВКА» и удалите из таблицы градуировки 2 последних компонента. Выберите режим *Нормализация*, формат *NotePad*. Нажмите кнопку «Получить».

Вы увидите, что в обработку попали все компоненты смеси, независимо от того, идентифицированы они в режиме ГРАДУИРОВКА или нет.

Внутренняя Нормализация.

1) Теперь для обрабатываемой хроматограммы выберите режим *Внутренняя Нормализация*, введите значение суммарной концентрации 100, выберите формат *NotePad*. Нажмите кнопку «Получить».



Результат

Метод обработки: Внутренняя нормализация

Формат: NotePad

Суммарная концентрация: 100

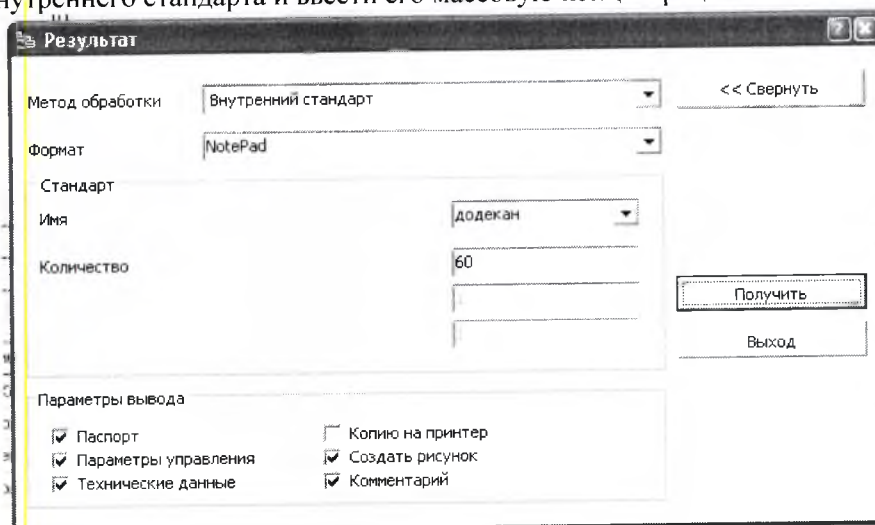
Получить

Выход

Вы увидите, что на этот раз в обработку попадают только идентифицированные компоненты.

Внутренний стандарт.

1) Выйдете из режима РЕЗУЛЬТАТ и загрузите хроматограмму, отмеченную «Для работы с примером «Внутренний стандарт» в режиме РЕЗУЛЬТАТ». На данной хроматограмме додекан – внутренний стандарт, бензол – исследуемое соединение. Коэффициент чувствительности бензола по отношению к додекану в данном случае составляет 1,384, концентрация додекана = 60 г/л. Выберите режим РЕЗУЛЬТАТ и метод расчета «Внутренний стандарт». Для дальнейших расчетов необходимо ввести дополнительные параметры: выбрать из списка компонент внутреннего стандарта и ввести его массовую концентрацию.



Результат

Метод обработки: Внутренний стандарт

Формат: NotePad

Стандарт

Имя: додекан

Количество: 60

Получить

Выход

Параметры вывода

☒ Паспорт

☒ Параметры управления

☒ Технические данные

☐ Копию на принтер

☒ Создать рисунок

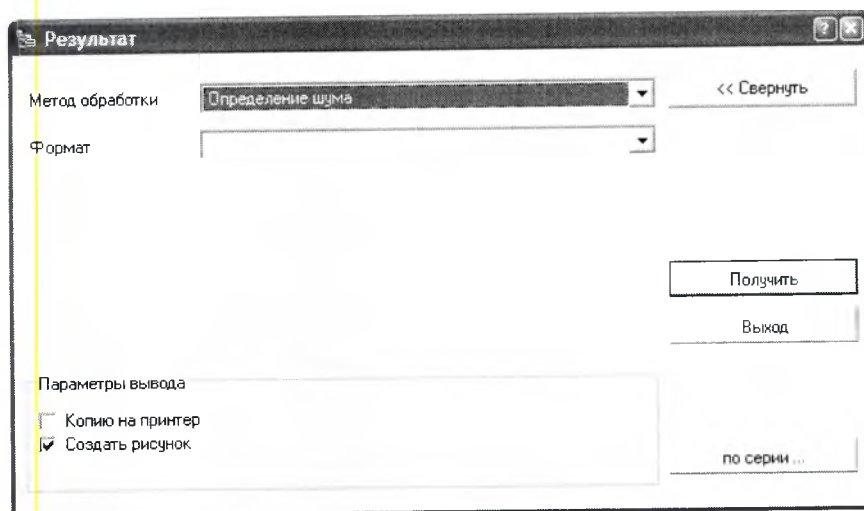
☒ Комментарий

Нажмите кнопку «Получить», программа выдаст отчет

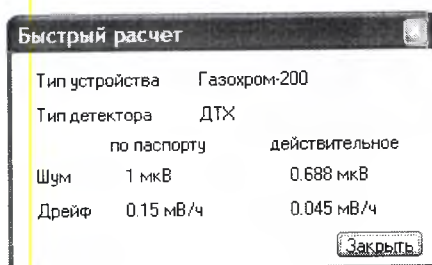
«Быстрое» определение шума.

Для проведения поверки в полном объеме предназначена программа «Поверка», входящая в стандартную поставку и описанная в разделе «Проведение поверки» данного руководства. Если по хроматограмме необходимо определить только шум, можно воспользоваться методом «определение шума» в режиме «РЕЗУЛЬТАТ»

Загрузите «пустую» хроматограмму из архива, т.е. такую на которой нет пиков, и записан только сигнал детектора. В паспорте пустых хроматограмм написано с каких детекторов каких хроматографов они сняты. Войдите в режим «РЕЗУЛЬТАТ» и выберите способ расчета «определение шума».



Программа выдаст окно, в котором записаны наименование хроматографа, тип детектора, а также рассчитанные значения шума и дрейфа.



Использование серий.

- 1) Загрузите хроматограмму анализа бензина от 23.07.2002 18:40, перейдите в режим ГРАДУИРОВКА, нажмите кнопку «градуировать», а затем сохраните метод.
- 2) Последовательно вызовите оставшиеся хроматограммы от 23.07.2002, загружая для них метод в режиме ГРАДИУРОВКА и сохраняя хроматограммы.
- 3) Перейдите в режим РЕЗУЛЬТАТ. Выберите метод расчета «Абсолютная градуировка», и перейдите в режим получения результата по сериям, нажав кнопку «по сериям».
- 4) Щелкните левой кнопкой мышки на маленьком квадрате слева от имени хроматограммы в списке, добавьте к серии 3 хроматограммы анализа бензинов:

Результат по серии анализов		
☐	14.11.2002 14:13	Название
☐	23.07.2002 18:40	-----
☒	23.07.2002 18:09	Проба
☒	23.07.2002 17:48	-----
☒	23.07.2002 17:27	-----
☐	09.08.2001 14:30	Колонка
☐	09.08.2001 10:32	-----
☐	28.06.2001 09:37	Комментари
☐	27.06.2001 16:13	-----
		хроматограм примером №

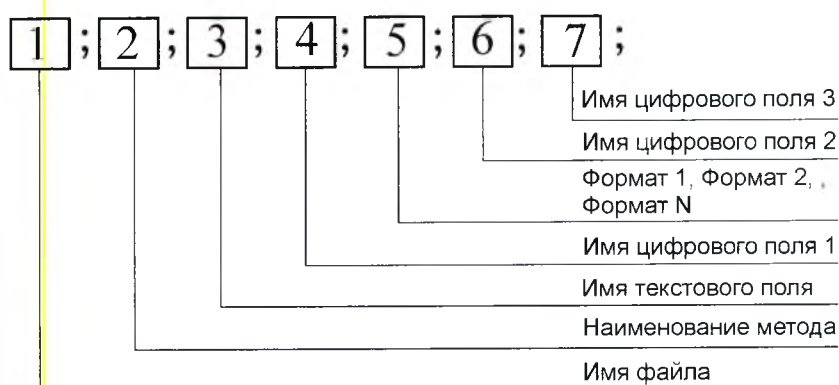
- 5) Нажмите кнопку «Получить». Вы увидите стандартный отчет

Результат и метод. Взгляд изнутри

Данный раздел предназначен для программистов, и в нем описывается процедура создания методов расчета хроматографических данных без обращения к разработчикам, хотя последнее может сэкономить пользователю если не деньги, то время. Хроматографисты могут пропустить этот раздел без малейшего ущерба для освоения программы. Главное, помнить, что такой раздел существует.

Запуск метода осуществляется в режиме «Результат» по нажатию кнопки «Получить». При этом в поле «Метод обработки» выбирается соответствующий метод. По своему желанию пользователь может добавлять свои методы обработки. Рассмотрим подробнее, что происходит при входе в режим «Результат».

В директории /ZLab/Methods/ открывается файл list.ini, состоящий из текстовых строк, имеющих следующую структуру:



где:

Имя файла - наименование файла, который будет запускаться при использовании этого метода. Если в наименовании файла не указаны пути, то файл должен находиться в директории /Zlab/Methods/.

Наименование метода - имя метода, которое будет отображаться в списочном поле с именами методов.

Имя текстового поля - имя текстового поля, которое находится в нижней части окна «Результат». Данное имя будет отображаться слева от соответствующего поля.

Имя цифрового поля 1, Имя цифрового поля 2, Имя цифрового поля 3, - имена числовых полей, которые находятся в нижней части окна «Результат». Данные имена будут отображаться слева от соответствующих полей.

ФорматN - Наименование формата, который будет отображаться в списочном окне с форматами. Количество форматов в принципе неограничено.



Форматы в List.ini должны записываться через запятую. Если Вы не хотите указывать какое-либо поле, то пропустите, поставив 2 точки с запятой рядом, не делая между ними пробела.

Соответствие данной структуры режиму «Результат» показано на рис. 41.

Рис. 41
Соответствие структуры List.ini режиму РЕЗУЛЬТАТ

имею РЕЗУЛЬТАТ

Вернемся к последовательности операций, которые совершает программа при входе в результат. Далее, в соответствии с описанным выше алгоритмом, происходит заполнение полей окна «Результат».

После того, как пользователь сделал выбор метода и формата и нажал кнопку «Получить» программа формирует на диске файлы report.zpr и файл report.jpg, которые записываются в ту же директорию, где содержатся файлы хроматограмм.

Файл report.zpr содержит всю информацию по данной хроматограмме: паспортные данные, таблицу градуировки, таблицу идентифицированных пиков, таблицу неидентифицированных пиков, формат отчета, содержание всех дополнительных полей.

Файл report.zrp имеет структуру обычного ini-файла и может быть проанализирован в любом текстовом редакторе. Необходимо отметить, что в случае получения результата по серии анализов report.zrp немного отличается от обычного. Файл report.jpg содержит рисунок хроматограммы, как он был представлен в верхнем окне на момент нажатия кнопки «Получить».

Затем запускается файл, указанный для данного метода с параметрами в виде:

«Имя exe-файла» «файл report.zrp с путями»

Так, например, при выборе метода «Нормализация» из метода 1 будет произведен следующий вызов:

Process.exe norm C:\Z\Chrom1\Data\reprot.zrp

При этом все дополнительные сведения, такие как выбранный формат, значение текстового и цифровых полей, записываются в секцию «[Parameters]» файла «report.zrp».

Таким образом, можно увеличивать количество методов обработки путем добавления соответствующей строки в файл list.ini. Количество строк в файле не ограничено, т.е. не ограничено (за исключением здравого смысла) количество методов расчета.

Остановимся подробнее на файле report.zrp, который формируется при нажатии кнопки «Получить» в окне «Результат».

Программа обработки может быть написана на любом языке программирования.

Файлы report.zrp и report.jpg содержат всю необходимую информацию для большинства расчетов, причем для их реализации нет необходимости обращаться к разработчикам. Что касается специфических случаев, например, для метода имитированной дистилляции, дополнительные данные можно получить из файла хроматограммы, имя которой содержится в файле report.zrp. Однако, в данном случае придется обратиться к разработчикам, по крайней мере для консультации.

Что касается самой программы обработки, то вряд ли она содержит что-либо подлежащее защите, так что по запросу ее текст свободно передается в качестве примера всем заинтересованным лицам.

Также хотелось бы здесь рассмотреть принципы сохранения данных в методе - именах компонентов, временах удержания и других пара метрах, позволяющих проводить идентификацию пика.

Данные, хранящие параметры, идентификации и расчета концентрации хранятся в файле /ZLab/Chrom ./Method/Table.mth, который также имеет структуру ini-файла. В файл можно программно записывать любые данные (например коэффициенты, по которым рассчитывается высота или площадь), которые затем можно сразу загружать в метод. За

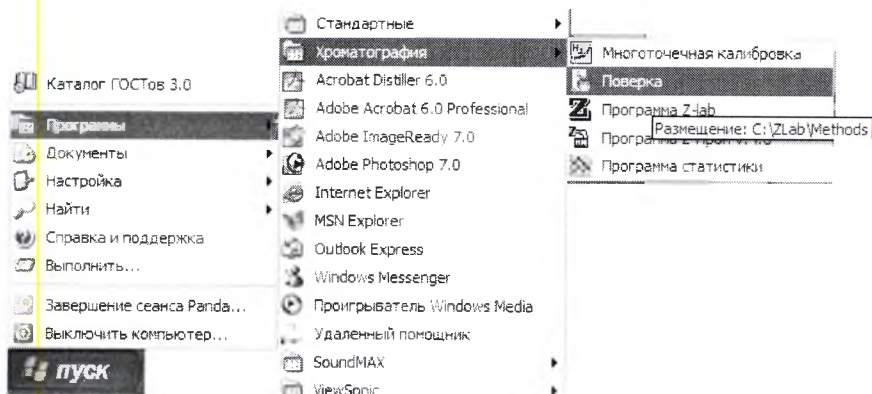
дополнительной информацией о структурах файлов и написанием программ обработок, а также по любым возникающим вопросам обращайтесь к разработчикам.

Работа с программой «ПОВЕРКА»

Программа «ПОВЕРКА» предназначена для автоматического расчета метрологических характеристик хроматографов и ПАК. Программа позволяет рассчитывать следующие параметры¹:

- СКО площадей, высот и времен выходов пиков
- Изменение работы выходного сигнала за 48 часов
- Уровень флуктуационных шумов
- Уровень дрейфа нулевого сигнала
- Предел детектирования

Для работы с программой статистики выберите в меню «ПУСК» пункт «ПРОГРАММЫ» и подпункт «ХРОМАТОГРАФИЯ», где у Вас собраны все программы для работы с хроматографом. Далее выберите пункт «Поверка».



¹ Расчет всех параметров происходит по МИ 2402 «ГСИ. Хроматографы газовые аналитические лабораторные. Методика поверки».

Программа выдаст окно:

Программа проведения поверки

Путь к ZLab: C:\ZLab\

Метод: Метод 1 - прибор

Подметод: <По умолчанию>

Шум, дрейф

Серия 1

Серия 2

Номер протокола

Тип устройства: ЛХМ-2000М /Generic/

Заводской номер: 25

Год изготовления: 2006

Тип детектора: ДТП

Изготовитель: ОАО "Хроматограф"

Давление: 760 мм.рт.ст.

Температура: 22 гр. Ц.

Отн. влажность: 60 %

Компонент

Молярная масса, коэффициент: 2

Объем пробы, мкл: 133

Концентрация, %: 0.52

Скорость г-н, мл/мин: 30

Формат: Notepad

☒ Включить рисунки

Очистить Отчет

Рис. 42. Окно программы ПОВЕРКА.

Пояснения к инструментам программы ПОВЕРКА приведены на рис. 43 и в таблице 7.

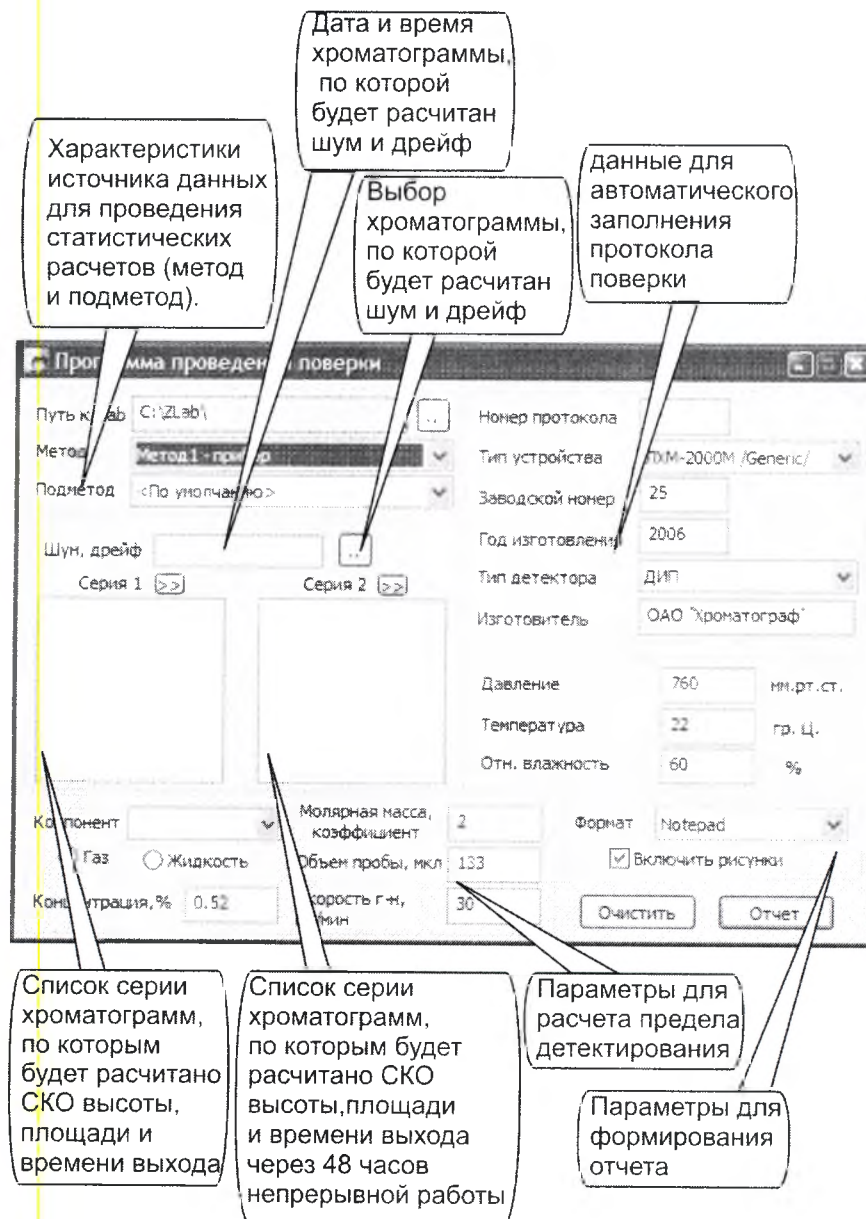


Рис. 43. Инструменты программы ПОВЕРКА

Таблица 7. Инструменты программы ПОВЕРКА.

Путь к Zlab C:\Zlab\ Метод Метод 1 - прибор Подметод <По умолчанию>	Выбор хроматограмм – источников данных для проведения поверки. Аналогичен выбору хроматограмм для проведения многоточечной градуировки.
Шум, дрейф 21.04.2005 12:45 	Поле, в котором указывается дата и время создания хроматограммы по которой будет рассчитываться уровень флуктуационных шумов и дрейф нулевой линии. Внимание! Для расчета шума и дрейфа необходимо использовать хроматограмму без пиков. При нажатии на кнопку , расположенную справа от поля, возникает список хроматограмм, существующих в выбранном методе и подметоде. Внимание! Для расчета шума и дрейфа можно выбрать только ОДНУ хроматограмму.
Номер протокола Тип устройства ЛХМ-2000М /Generic/ Заводской номер 25 Год изготовления 2006 Тип детектора ДИП Изготовитель ОАО "Хроматограф" Давление 760 мм.рт.ст. Температура 22 гр. Ц. Отн. влажность 60 %	Данные для автоматического заполнения протокола о проведении поверки. Поля «Тип устройства» и «Тип детектора» автоматически заполняются при выборе хроматограмм источников данных, необходимая информация считывается из паспортов хроматограмм.
Серия 1 >>> Серия 2 >>>	Серии хроматограмм для расчета СКО и предела детектирования. «Серия 2» предназначена для расчета отклонений характеристик за 48 часов непрерывной работы. Добавление хроматограмм к

Компонент ☒ Газ ☐ Жидкость Концентрация, % 0.52 Молярная масса, коэффициент 2 Объем пробы, мкл 133 Скорость г-н, мл/мин 30	сериям происходит по кнопкам  , расположенным справа. Параметры для определения предела детектирования. Внимание! Расчет предела детектирования происходит по 1-ой хроматограмме «Серии 1».
Формат Notepad ☒ Включить рисунки	Параметры создания протокола поверки.

Для проведения поверки необходимо²:

1. Снять сигнал с поверяемого детектора – сформировать «пустую» хроматограмму.
2. Снять не менее 5-ти хроматограмм для расчета СКО площади, высоты и времен выхода пика.
3. Через 48 часов снять еще 5 хроматограмм для расчета изменения работы выходного сигнала.
4. Запустить программу «ПОВЕРКА»
5. Выбрать из списка необходимый метод (или окно) и подметод (при необходимости).
6. Выбрать хроматограммы для расчета шума, дрейфа и метрологических характеристик.
7. Из списка компонентов, заполняемого по 1-ой хроматограмме «Серии 1», выбрать тот (если компонентов несколько), для которого необходимо рассчитать предел детектирования. Ввести необходимые дополнительные параметры.
8. Заполнить раздел для автоматического формирования протокола поверки.
9. Выбрать формат вывода отчета (NotePad, Ms Office).
10. Нажать кнопку «Отчет».

² Подробно проведение поверки каждого прибора описано в описании закладки управления на соответствующий прибор

Алгоритмы

Алгоритмы фильтрации

Для фильтрации шумов и выбросов используются три алгоритма фильтрации:

Фильтр выбросов

Медианный фильтр.

Фильтр Гаусса.

Ниже рассмотрены алгоритмы всех трех фильтров.

Фильтр выбросов

В основе алгоритма фильтра выбросов лежит идея удаления одиночных точек, которые являются заведомо случайными выбросами.

Точка считается выбросом, если она отстоит от своего ближайшего соседа (слева или справа) на расстояние превышающее трехкратное значение шума базовой линии. В этом случае данная точка опускается (или поднимается) до уровня своего ближайшего соседа.

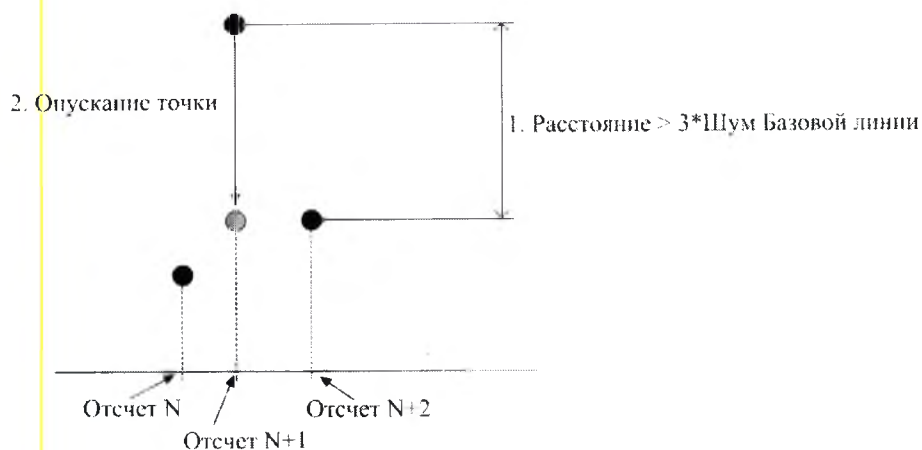


Рис.44. Фильтр выбросов.

После съема, хроматограмма обрабатывается фильтром выбросов в обязательном порядке. Фильтр выбросов обеспечивает надежное отсеивание одиночных выбросов.

Медианный фильтр

Медианный фильтр, в отличие от фильтра выбросов, использует алгоритм сглаживания.

В поле параметра медианного фильтра пользователь вводит ширину щели, на которой будет происходить усреднение точек. При этом ширина точки может иметь только нечетное значение (если вводится четное значение, то оно автоматически изменяется на большее нечетное).

Алгоритм сглаживания:

Последовательно выбираются все точки хроматограммы.

Для каждой точки выбираются точки, отстоящие от текущей на полуширину щели. Таким образом, получается массив, размер которого равен ширине щели, а текущая точка является центральной точкой массива.

Полученный массив сортируется по возрастанию.

Вместо текущей точки записывается точка, стоящая в середине отсортированного массива. Таким образом, каждая точка заменяется средней точкой в щели.

Происходит переход на следующую точку хроматограммы и операция повторяется для следующей точки.

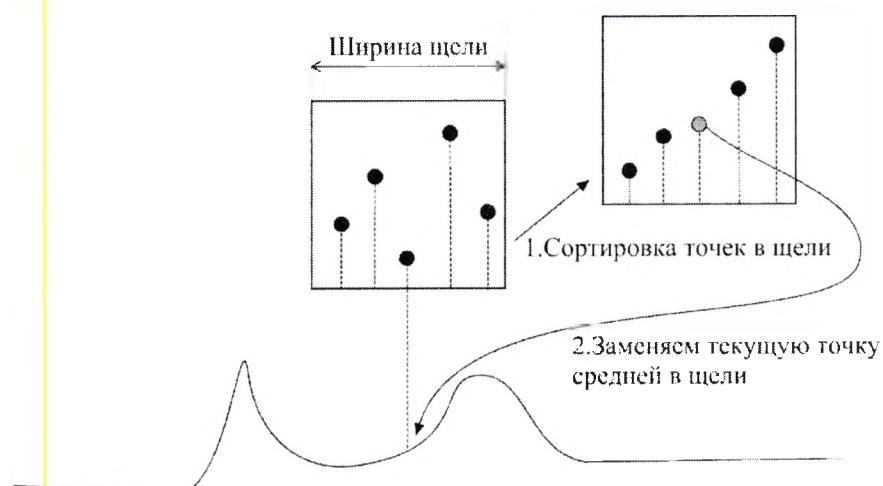


Рис. 45. Медианный фильтр.

Фильтр Гаусса

Алгоритм фильтрации по Гауссу основывается на том, что идеальная форма пика близка к гауссовскому распределению:

$$y = \exp\left(\frac{-(t - t_0)^2}{2m^2}\right), \text{ где}$$

t_0 - центральная точка пика,

m - ширина пика на полувысоте.

Пользователь вводит параметр, который определяет ширину ожидаемых пиков. Далее все пики, ширина которых совпадает с ожидаемой шириной, проходят фильтрацию без «потерь», а высота остальных пиков, имеющих отклонение от ожидаемой ширины, уменьшается.

Вводимый пользователем параметр для фильтра должен иметь нечетное значение (в случае четного значения происходит увеличение до ближайшего нечетного значения). Этот параметр определяет ширину щели (в отсчетах, приходящих с пробора), в которой происходит сглаживание.

Алгоритм состоит из следующих этапов:

1) Составляется массив коэффициентов, число элементов которого равно ширине щели. Значения коэффициентов внутри массива распределены по закону Гаусса. Сумма всех коэффициентов в массиве равна единице. Пример массива коэффициентов для щели размером 5 приведен ниже:

$$\text{Массив коэффициентов} = \begin{vmatrix} 0,099 \\ 0,240 \\ 0,322 \\ 0,240 \\ 0,099 \end{vmatrix}$$

2) Последовательно выбираются все точки хроматограммы.

3) Для каждой точки выбираются точки, отстоящие от текущей на полуширину щели. Таким образом, получается массив, размер которого равен ширине щели, а текущая точка является центральной точкой массива.

$$\text{Массив точек хроматограммы} = \begin{vmatrix} 1 & 4 & 5 & 8 & 3 \\ 2 & & & & 0 \end{vmatrix}$$

4) Полученный массив с точками хроматограммы умножается на массив коэффициентов по правилам умножения матриц. Полученный результат записывается на место текущей точки. Таким образом, происходит выделение пика идеальной формы.

$$\text{Значение} = \begin{matrix} \text{Массив точек} \\ \text{в текущей точке} \\ \text{хроматограммы} \end{matrix} * \begin{matrix} \text{Массив} \\ \text{коэффициентов} \end{matrix}$$

Происходит переход к следующей точке хроматограммы и процесс повторяется.

Алгоритм разметки на пики

Процесс разметки хроматограммы на пики основан на вычислении производной и сравнении полученного значения с задаваемым порогом.

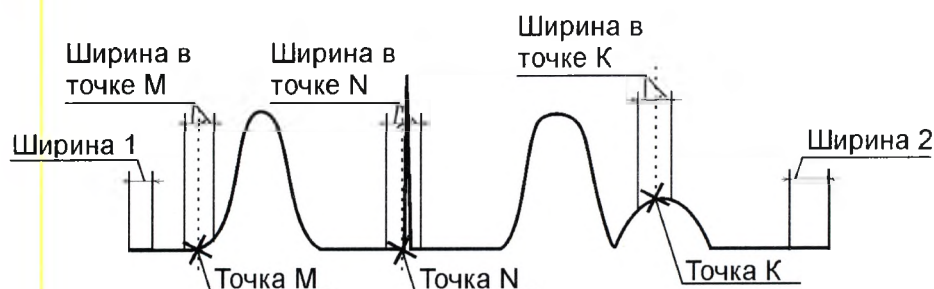


Рис. 46. Расчет «Ширины» в каждой точке хроматограммы.

Рассмотрим последовательность действий при использовании алгоритма: Вычисляется шум базовой линии, как усредненная сумма всех отклонений на хроматограмме.

Значение «Задержка» определяет начальный участок хроматограммы (в секундах), на котором пики не идентифицируются. Этот параметр используется в случае больших выбросов в начале хроматограммы в момент ввода пробы.

Далее для каждой точки хроматограммы рассчитывается значение «Ширина», путем линейной интерполяции значений «Ширина 1» (в начале хроматограммы) и «Ширина 2» (в конце хроматограммы). На рассчитанной ширине вычисляется значение производной. Таким образом, для каждой точки хроматограммы вычисляется значение производной.

Производная в каждой точке сравнивается со значением «Порог».

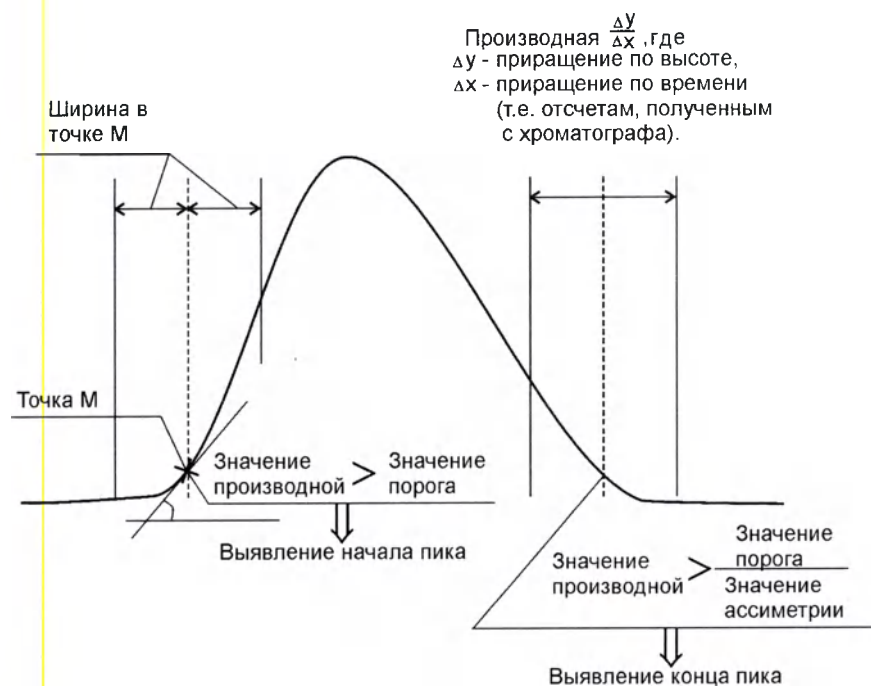


Рис. 47. Выявление начала и конца пика.

Если конец одного из пиков совпадает (или перекрывается) с началом другого пика, то данные пики принимаются неразделенными.

Если после выявления вершины пика, на протяжении троекратного значения ширины не идентифицируется склон пика, то считается, что это не пик а скачок базовой линии.

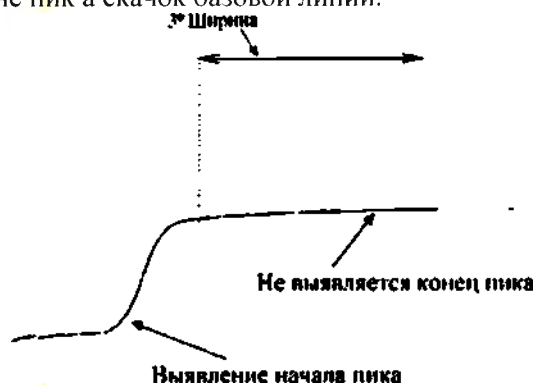


Рис. 48. Скачок базовой линии.

После выявления всех пиков определяется вид базовой линии, т.е. линии, на фоне которой выходят пики. В местах отсутствия пиков базовая линия совпадает с хроматограммой. В местах, где присутствуют пики, базовая линия проходит под ними и является прямой, соединяющей начало и конец пика. В случае неразделенных пиков базовой линией является прямая соединяющая начало левого неразделенного пика и конец правого неразделенного пика.

Затем вычисляются площади всех пиков. Для разделенных пиков – это площадь фигуры между хроматограммой и базовой линией под пиком. Для неразделенных пиков – опускается перпендикуляр в точке соприкосновения пиков.

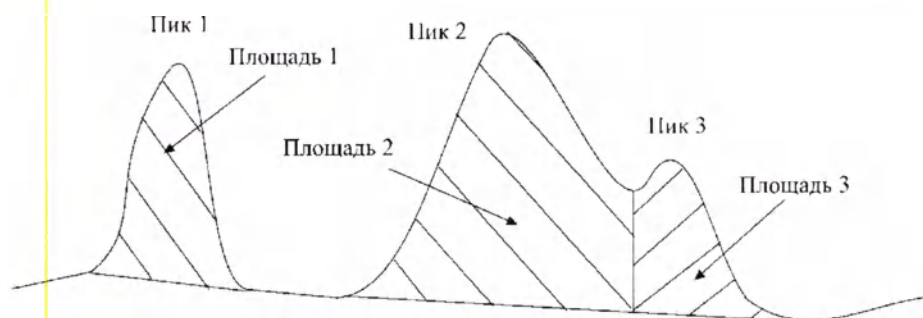


Рис. 49. Определение площадей пиков.

Далее проводится анализ на присутствие «пиков – наездников», возможных только на заднем склоне неразделенного пика. Для этого рассчитывается соотношение площадей неразделенных пиков. Если отношение площади левого неразделенного пика к площади правого неразделенного пика меньше значения «Наездник» (значение вводится пользователем), то правый пик считается наездником.

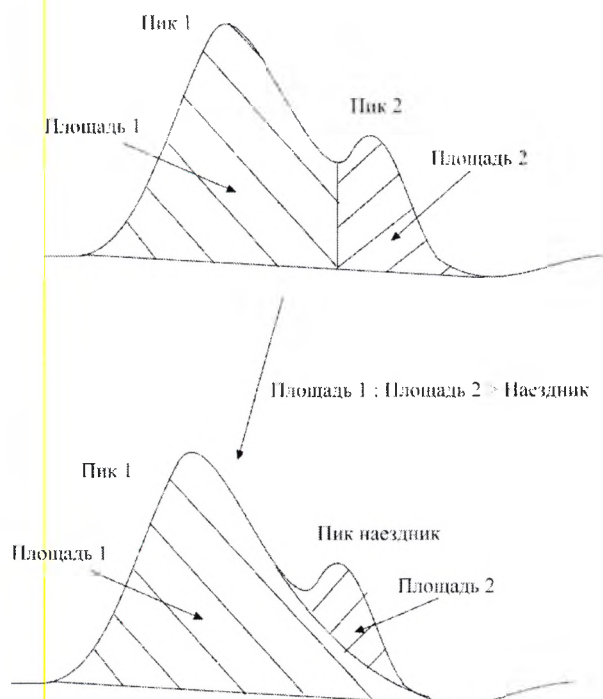


Рис. 50. Определения пика наездника.

После завершения разметки хроматограммы происходит отсев выявленных пиков по «Минимальной высоте» и «Минимальной площади» (данные значения задаются пользователем).

Алгоритм идентификации компонентов

В основе алгоритма идентификации лежит сопоставление ожидаемым компонентам размеченных пиков. Для каждого компонента пользователь задает в таблице идентификации:

- наименование компонента;
- ожидаемое время выхода компонента;
- допуск.

На основании времени выхода и допуска составляется интервал времени от («Время выхода» – «Допуск») до («Время выхода» + «Допуск»), на котором ищется размеченный пик (интервал компонента).

Если на данном интервале находится размеченный пик, то данному компоненту ставится в соответствие найденный пик. По площади пика находится концентрация компонента.

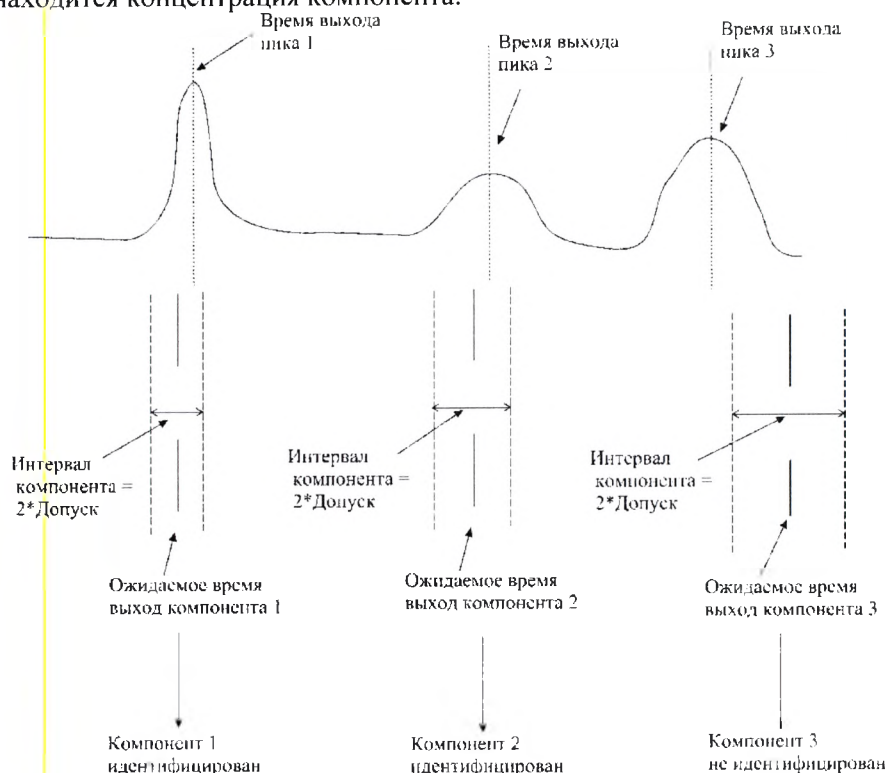


Рис. 51. Идентификация компонентов.

Если в интервал компонента попадают сразу несколько пиков, то идентифицируется пик, ближайший к времени выхода.

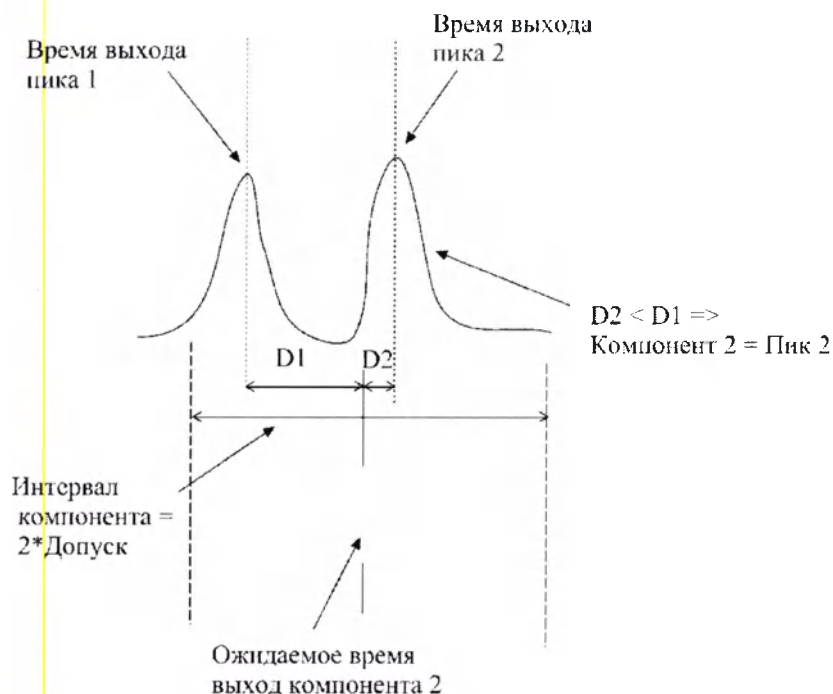


Рис. 52. Идентификация при нескольких пиках в интервале компонента.

Если длительное время программа функционирует без градуировки метода, то реальные времена выхода компонентов могут значительно «уплыть» относительно ожидаемых, из-за изменения параметров хроматографа.

Для борьбы с этим эффектом используют процедуру корректировки времени. При этом все ожидаемые времена компонентов в таблице идентификации становятся равными реальным временам выхода. Для неидентифицированных компонентов ожидаемые времена выхода корректируются по линейному закону относительно соседних идентифицированных компонентов.

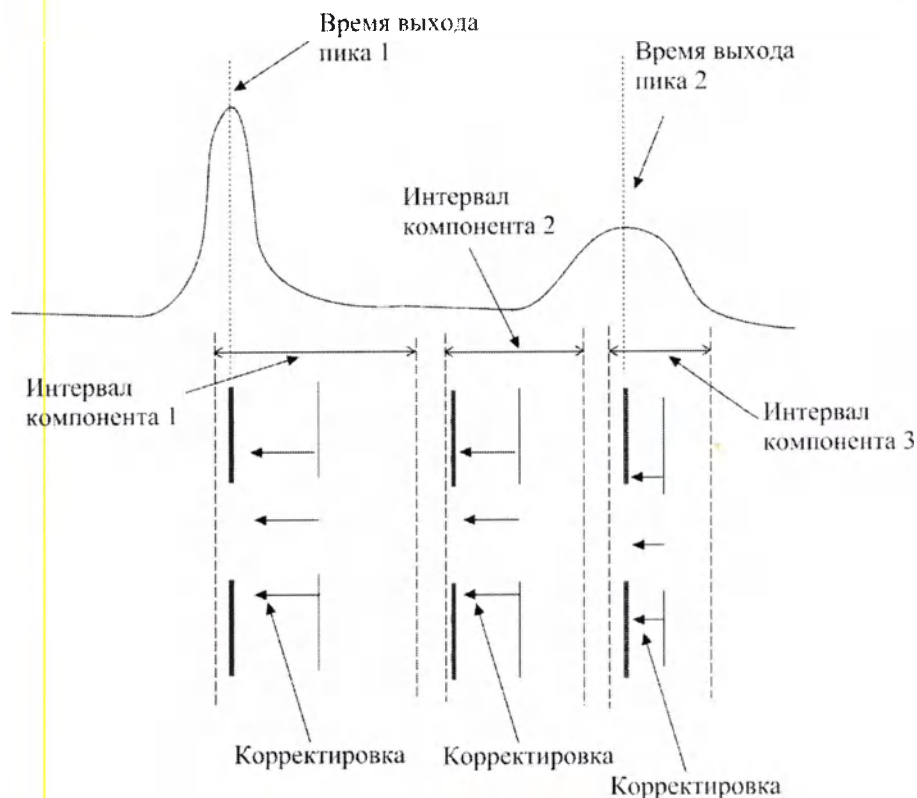


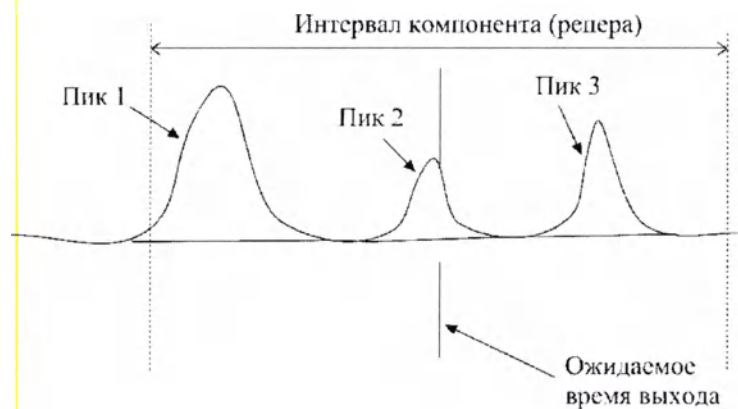
Рис. 53. Корректировка времени.

В качестве способа борьбы с «уплыванием» реальных времен относительно ожидаемых можно применять метод реперных пиков.

Пользователь вводит реперные компоненты в таблицу идентификации, указывая для них свойство «Репер». В качестве реперных пиков выбирают пики максимальные на определенном участке хроматограммы. Для реперных пиков обычно указывают расширенный допуск (при этом на интервале компонента реперный пик должен быть заведомо максимальным по высоте).

Суть метода заключается в следующем:

Из таблицы идентификации выбираются реперные компоненты. Для каждого реперного компонента находится соответствующий ему пик: на интервале компонента находится максимальный по высоте пик (а не ближайший к ожидаемому времени выхода, как для обычных компонентов).



Высота Пика 1 максимальна => Репер = Пик 1

Рис. 54. Нахождение пика на интервале реперного компонента.

Для каждого реперного пика определяется отклонение ожидаемого времени выхода репера от реального времени. Все ожидаемые времена выхода обычных пиков корректируются на величину, определенную по линейному закону от коррекции левого и правого реперного пика. При этом корректировка времени выхода не записывается в таблицу идентификации (в отличие от функции «Корректировка по времени»).

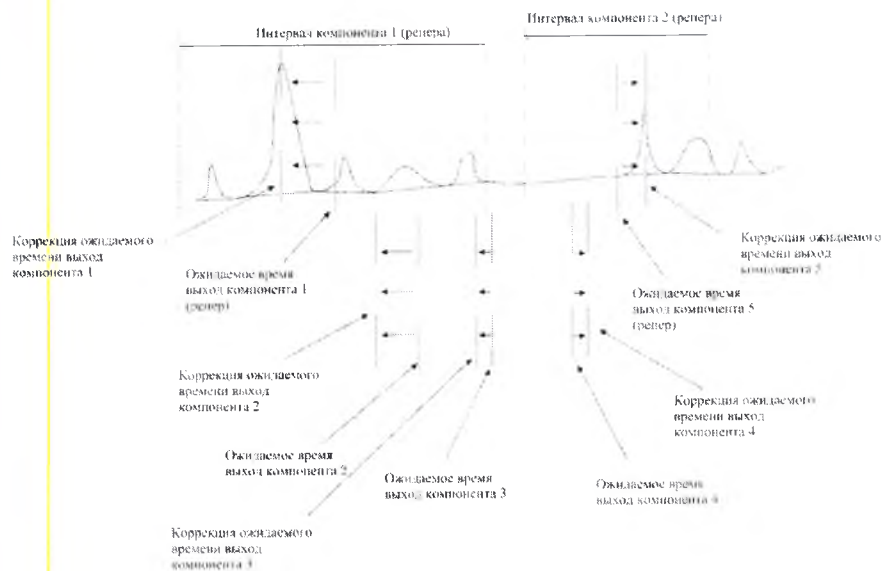


Рис. 55. Корректировка ожидаемых времен выхода по реперным пикам.

Далее идентификация осуществляется обычным путем, т.е. для обычных пиков находятся пики на интервале компонента (для скорректированного ожидаемого времени выхода).

Алгоритм расчета флуктуационных шумов.

Для расчета уровня флуктуационных шумов используются формулы, приведенные в ГОСТ 26703:

$$\Delta x = \frac{\Delta x' \cdot I_{\text{вх}}^0 \cdot K_y}{U_{\text{вых}}^0}$$

и

$$\Delta x = \frac{\Delta x' \cdot U_{\text{вх}}^0 \cdot K_y}{U_{\text{вых}}^0}$$

где

$I_{\text{вх}}^0 = 400$ пА. Значение входного тока усилителя, соответствующее верхнему пределу используемого поддиапазона измерений усилителя, А.

$U_{\text{вых}}^0 = 2.5$ В. Значение выходного напряжения усилителя, соответствующее верхнему пределу используемого поддиапазона измерений усилителя, В.

$U_{\text{вх}}^0 = 50$ мВ. Значение входного напряжения усилителя, соответствующее верхнему пределу используемого поддиапазона измерений усилителя, В.

$K_y = 1$. Коэффициент деления выходного сигнала.

При это расчет производится по следующему алгоритму:

Берется 5 текущих точек.

Методом наименьших квадратов они аппроксимируются к прямой $Y=AX+B$.

Определяется шум, как разница между прямой и действительным значением сигнала в 4-той точке.

Определяется дрейф, как наклон аппроксимированной прямой.

Процедура повторяется для всей хроматограммы.

В качестве значения шума и дрейфа принимается максимальные значения соответствующих величин.

Алгоритм расчета статистических характеристик параметров пиков.

Расчет статистических характеристик параметров пиков производится в соответствии с ГОСТ 26703

Средние арифметические значения высоты, площади и времени выхода пика определяют по формулам:

$$\bar{h} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n h_i \quad \bar{S} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n S_i \quad \bar{t} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n t_i$$

Относительное среднеквадратическое отклонение высоты, (h) площади (S) и времени выхода пика (t) определяют по формулам:

$$\sigma_t = \frac{100}{\bar{t}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n-1}} \quad \sigma_h = \frac{100}{\bar{h}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (h_i - \bar{h})^2}{n-1}}$$

$$\sigma_S = \frac{100}{\bar{S}} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (S_i - \bar{S})^2}{n-1}}$$

После расчета относительных среднеквадратических отклонений производится выявление аномальных хроматограмм путем сравнения значений, рассчитанных по формулам

$$div_t = \frac{t - \bar{t}}{\sigma_t} \quad div_h = \frac{h - \bar{h}}{\sigma_h} \quad div_S = \frac{S - \bar{S}}{\sigma_S}$$

с ограничивающими значениями которые приведены в таблице:

Число хроматограмм	Граничное значение	Число хроматограмм	Граничное значение
1	1,15	11	2,23
2	1,15	12	2,29
3	1,15	13	2,33
4	1,46	14	2,37
5	1,67	15	2,41
6	1,82	16	2,44
7	1,94	17	2,48
8	2,03	18	2,50
9	2,11	19	2,53
10	2,18	20	2,56

При превышении $div_{t,h,S}$ какой-либо хроматограммы граничного значения для обрабатываемого числа хроматограмм, такая хроматограмма не участвует более в расчете, который повторяется заново.

ОШИБОЧНЫЕ И СБОЙНЫЕ СИТУАЦИИ

Программное обеспечение в процессе эксплуатации может допускать ошибочные и сбойные ситуации. В этом разделе можно найти их описание и способы устранения.

1. При открытии метода возникает всплывающее окно с надписью: «Управление. Ошибка 7(2)», как показано на рис. 56.



Рис. 56. Всплывающее окно с ошибкой 7(2).

Данная ошибка появляется в случае отсутствия верных данных в методе о подключении устройства «Z-Хром» к ПК посредством COM-порта.

Для устранения данного вида ошибки необходимо во вкладке «Управление» выбрать верное значение номера COM-порта, например «COM1», затем сохранить изменения в методе последовательным нажатием кнопок «Метод», «Сохранить».

2. В случае разрыва связи между устройством «Z-Хром» к ПК во время съема хроматограммы в программном обеспечении может возникать окно с информацией, как показано на рис. 57.

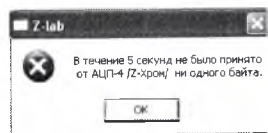


Рис. 57. Всплывающее окно в программном обеспечении.

Появление данного окна в программном обеспечении означает отсутствие сигнала, поступающего от хроматографа к устройству «Z-Хром».

В случае появления данного окна необходимо последовательно остановить анализ кнопкой «Стоп», выйти из программы, проверить подключение соединительного провода от хроматографа к устройству «Z-Хром», подсоединить его и заново запустить программу «Z-Lab». Необходимый анализ необходимо провести заново.

3. При работе с архивом хроматограмм в программном обеспечении может возникать ошибка 29, указанная на рис. 58.

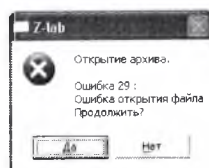


Рис. 58. Всплывающее окно с ошибкой 29.

Появление данного окна в программном обеспечении означает отсутствие файла хроматограммы в архиве. Такая ошибка может возникать в случае удаления файла хроматограмм через проводник операционной системы Windows, без участия программного обеспечения.

В случае возникновения подобной ошибки необходимо нажать кнопку «Да», хроматограмма будет удалена из списка хроматограмм в программном обеспечении. В случае ответа «Нет» при появлении окна, указанного на рис. 58, наименование хроматограммы останется в списке хроматограмм в архиве, подобное сообщение будет появляться при попытке открытия указанной хроматограммы каждый раз до того момента, пока не будет нажата кнопка «Да» во всплывающем окне об ошибке.

4. При работе с программным обеспечением может возникать всплывающее окно с ошибкой 55, указанное на рис. 59.

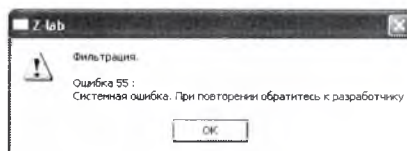


Рис. 59. Всплывающее окно с ошибкой 55.

Появление всплывающего окна в программном обеспечении возможно при сбоях в работе программы.

Исправление указанной ошибки возможно с помощью перезагрузки программы «Z-Lab». Для этого необходимо нажать «ОК» во всплывающем окне, выйти из программы и заново загрузить ее. В случае повторного сообщения о возникновении данной ошибки, необходимо обратиться к разработчику для разрешения причин появления данного сообщения и их устранения.

ЮРИДИЧЕСКИЕ ПРАВА И ОБЯЗАННОСТИ

Разработчик обязуется:

- проводить своевременное обучение и повышение квалификации потребителя (сопровождение);
- оказывать своевременную поддержку программы (исправление ошибок, обновление программы и т.д.);
- поставить продукт надлежащего качества;

Потребитель имеет права в соответствии с законом РФ "О защите прав потребителей" от 07.02.1992 г. №2300-1 (в ред. от 05.05.2014 г.)

ОБЯЗАТЕЛЬСТВА И ГАРАНТИИ

Авторскими правами на данную программу обладает ООО «НИИХром». Любое использование данной программы по не предусмотренному назначению, только с письменного разрешения ООО «НИИХром».

Сроки гарантии работы данной программы 6 лет.

Гарант ООО «НИИХром».

КОНТАКТНЫЕ ДАННЫЕ РАЗРАБОТЧИКА.

Изготовитель: Общество с ограниченной ответственностью
«Научно-исследовательский и конструкторский институт
хроматографии», ООО «НИИХром»

Юр.адрес: 109316, Москва, Волгоградский пр-т, дом 3/5, стр. 2

Факт. адрес: 119121, г. Москва, ул. Плющиха, д. 33

Тел.: 8(499)2485445

E-mail: info@niichrom.ru

Веб-адрес в сети интернет: www.niichrom.ru



Прошу
Сформировать
118 (сб. ввещ. изданий) и
Решения, решения
Решения А. В.

«УТВЕРЖДАЮ»

ООО "НИИХром"

Румянцев А.Д.

2014 г.



РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

СИЕН.423531 РЭ

**Хроматограф газовый стационарный малогабаритный МХ (модель МХК-1,
МХК-2) по ТУ 9443 - 002-82533172 – 2014**

г. Москва, 2014 г.

Содержание

I. Описание и работа:	
1.1. Назначение изделия.....	стр.
1.2. Технические характеристики.....	стр.
1.3. Состав изделия:	
1.3.1. Состав хроматографа МХ.....	стр.
1.3.2. Комплектность хроматографа МХ.....	стр.
1.4. Устройство и работа:	стр.
1.4.1. Внешний вид хроматографа МХ.....	стр.
1.4.2. Устройство и работа составных частей хроматографа МХ.....	стр.
1.4.2.1. Состав блока термостата колонок (БТК).....	стр.
1.4.2.1.1. Устройство ДТП.....	стр.
1.4.2.1.2. Хроматографические колонки.....	стр.
1.4.2.1.2.1. Замена колонок БТК.....	стр.
1.4.2.2. Устройство ввода пробы.....	стр.
1.4.2.2.1. Состав инжектора.....	стр.
1.4.2.2.1.1. Проверка герметичности инжектора.....	стр.
1.4.2.2.1.2. Проверка герметичности линий газа-носителя.....	стр.
1.4.2.3. Состав и назначение узлов электронной части.....	стр.
1.4.3. Принцип работы хроматографа МХ.....	стр.
1.5. Маркировка.....	стр.
1.6. Упаковка.....	стр.
II. Использование по назначению:	стр.
2.1. Эксплуатационные ограничения.....	стр.
2.2. Подготовка хроматографа МХ к работе:	стр.
2.2.1. Требования к рабочему помещению и месту монтажа хроматографа МХ..	стр.
2.2.2. Установка и монтаж.....	стр.
2.2.3. Включение и опробование работы хроматографа МХ.....	стр.
2.2.4. Проверка работоспособности хроматографа МХ.....	стр.
2.3. Использование хроматографа МХ.....	стр.
2.3.1. Выбор режима анализа.....	стр.
2.3.1. Выбор пробы.....	стр.
2.3.3. Возможные неисправности и методы их устранения.....	стр.
III. Техническое обслуживание хроматографа МХ:	стр.
3.1. Виды технического обслуживания.....	стр.
3.2. Содержание работ по техническому обслуживанию.....	стр.
IV. Транспортирование и хранение:	
4.1. Транспортирование.....	стр.
4.2. Хранение.....	стр.
4.3. Гарантии изготовителя.....	стр.
V. Утилизация.....	стр.
VI. Контактные данные производителя.....	стр.
VII. Приложение.....	стр.
VII. Список сокращений.....	стр.

Настоящее руководство по эксплуатации устанавливает эксплуатационные характеристики на модели МХК-1,-2 хроматографа газового стационарного малогабаритного МХ с детектором по теплопроводности (в дальнейшем хроматограф), предназначенные для определения спиртов в биологических объектах: крови, моче, слюне, мышцах человека.

I. Описание и работа:

1.1. Назначение изделия.

Хроматограф предназначен для определения спиртов в биологических объектах: крови, моче, слюне, мышцах человека.

Области применения хроматографа: анализ биологических объектов в научно-исследовательских и медицинских лабораториях.

Хроматограф является индивидуально градуируемым средством измерения. Градуировка производится потребителем по анализируемым веществам с учетом конкретной аналитической задачи и методики выполнения измерений (МВИ). Количественные характеристики точности МВИ определяются потребителем в процессе градуировки.

Входным сигналом хроматографа является концентрация определяемого компонента.

Выходным сигналом является аналоговый сигнал, представляющий собой амплитуду выходного сигнала в максимуме хроматографического пика (высота пика) или площадь хроматографического пика и время удерживания определяемого компонента, регистрируемый и преобразованный в цифровую форму аналого-цифровым преобразователем (например, программно-аппаратным комплексом "Z-Хром" или аналогичным) с последующей передачей и обработкой на персональном компьютере.

1.2. Технические характеристики:

Основные технические характеристики хроматографов модели МКК-1, МХК-2 представлены в таблице № 1.

Таблица № 1 .

Технические характеристики хроматографов модели МХК-1 и МХК-2.

Модели	МХК-1	МХК-2
Характеристики		
<i>1. Электрическое питание:</i>		
- напряжение (В)	220 ± 22	
- частота (Гц)	50 ± 1	

2. Мощность (не более): – при включении (Вт) – после выхода на рабочий режим, (Вт)	500 80	
3. Газовое питание	гелий газообразный марки А или Б по ГОСТ 20461 или азот по ГОСТ 9293	
4. Габаритные размеры хроматографов (ширина, глубина, высота)	270x260x115 мм	430x190x515 мм
5. Масса, кг	7	5
6. Вид аналогового выхода для подключения цифрового преобразователя, входящего в состав программно-аппаратного комплекса "Z-Хром"	RS-232	
7. Время выхода хроматографа на рабочий режим составляет, (ч)	2	
8. Колонка	2 м x 3 мм, ПЭГ-1500, 20 %, на ИНЗ-600 + Ag	
9. Контрольная смесь: – определяемый компонент: – дозируемое количество жидкости (мкл):	эталон; 0,2	
10. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала детектора, (мВ)	0,05	
11. Дрейф нулевого сигнала детектора, мВ/ч	3	
12. Предел детектирования хроматографов не более (г/см ³)	2×10^{-8}	
13. Предел допускаемого относительного значения средне-квадратического отклонения (СКО) выходного сигнала не более: – по высоте (площади) пика: – по времени удерживания:	3% 1%	
14. Измерение выходного сигнала хроматографа за 12 ч. непрерывной работы	$\pm 5\%$	
15. Минимальное значение амплитуды выходного сигнала в максимуме хроматографического пика контрольного вещества, не менее:	25мВ	
16. Уровень автоматизации для типового представителя не менее	63 %	
18. Диапазон расхода газа-носителя (мл/мин)	20 до 50	
19. Диапазон линейности	6×10^3	

20. Отклонение температуры термостата от среднего значения при многократной установке заданной температуры не более	1°C
21. Относительное отклонение среднего установившегося значения температуры термостата колонок от заданного значения не более	1,5 %
22. Относительное отклонение расхода газа-носителя при измерении температуры окружающего воздуха на 10°C не более	0,2 %
23. Относительное отклонение расхода газа-носителя при измерении барометрического давления на 1,33 кПа	±0,25%
24. Относительное отклонение расхода газа-носителя при изменении давления на входе в хроматограф на ±10% не более	0,05 %
25. Предел допускаемого значения относительного изменения выходного сигнала при изменении напряжения питания на 10 %,	±3 %
26. Коэффициенты деления выходного сигнала в интервале	от 1 до 1024

Хроматографы МХК-1 и МХК-2 отличаются друг от друга габаритными характеристиками.

1.3. Состав изделия.

1.3.1. Состав хроматографа МХ.

Хроматограф должен быть выполнен в единой конструкции, включающей:

1) аналитическая часть:

- хроматографические колонки;
- детектор по теплопроводности (ДТП);
- блок термостат колонок (БТК);
- нагреватели;
- устройства ввода пробы;
- регуляторы потоков газа-носителя и вспомогательных газов;

2) электронную часть:

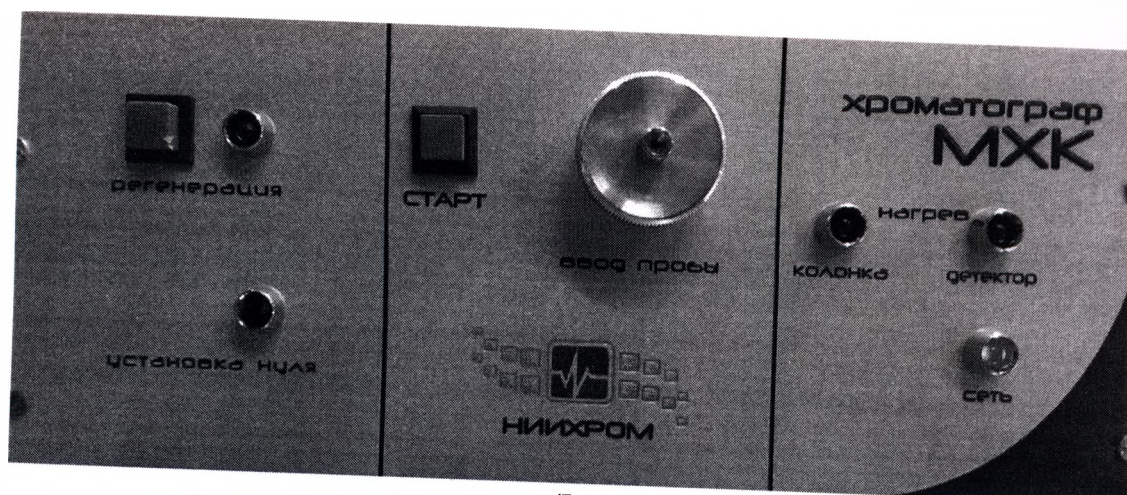
- блок питания;
- терморегуляторы;
- усилитель;
- блок управления детектором;
- панель управления;
- индикации.

1.3.2. Комплектность.

Наименование	Обозначение	Количество, (шт) - для модели МХК-1, МХК-2
Малогабаритный хроматограф МХ:		
-МХК-1	СИЕН.423531.007.011	1
-МХК-2	СИЕН.423531.007-01	1
Руководство по эксплуатации. Методика проверки.	СИЕН.423531 РЭ	1
Комплект запасных частей и принадлежностей (ЗИП), включающий:	СИЕН.413953.006	1
1) трубопровод;	СИЕН.302315.003	1
2) прокладки для инжектора хроматографа (100 шт. в упаковке)	ДАХ8.683.258-03	1
3) сетевой кабель	СИЕН.302315.002	1
4) хроматограмма, полученная при приемосдаточных испытаниях		1
5) программно-аппаратный комплекс «Z-Хром» или аналогичный		1
6) программное обеспечение для обработки хроматографической информации «Z-Lab»		1
7) компьютер персональный типа IBM PC		1
8) принтер лазерный монохромный		1

1.4. Устройство и работа.

1.4.1. Внешний вид хроматографа МХ.

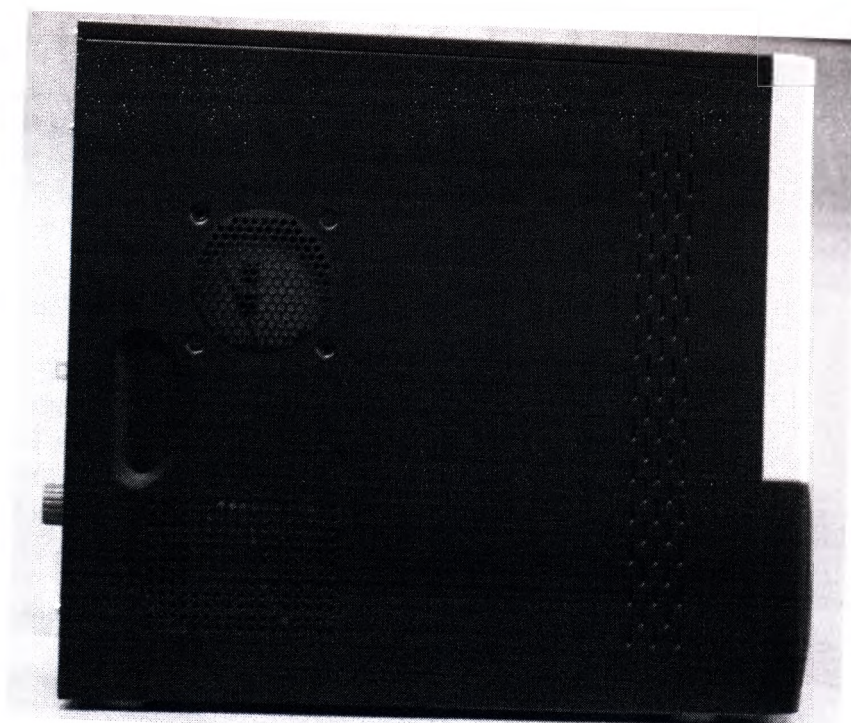


(Рис. 1)



(Рис. 2)

На рис. 1 представлен – вид спереди, на рис. 2- вид сзади модели хроматографа MXK-1.



(Рис. 3)



(Рис. 4)



(Рис. 5)

На рис. 3 представлен вид справа, рис. 4 – вид спереди, 5- вид сзади модели хроматографа MXK-2.

От аналитической части на лицевую панель хроматографа выходят:

Модель МХК-1:

1. Сеть - индикация состояния включения сети прибора;
2. Индикация нагрева термостатов колонки и детектора;
3. инжектор ВВОД ПРОБЫ;
4. Кнопка «Старт»;
5. Кнопка и индикация состояния регенерация;
6. Регулировка установки нуля.

Модель МХК-2:

1. инжектор ВВОД ПРОБЫ;
2. Кнопка «Старт»;
3. Кнопка и индикация состояния регенерация;
4. Регулировка установки нуля.

На заднюю панель выходят следующие элементы:

Модель МХК-1:

1. Сеть – разъем для подключения шнура питания
2. 2А – сменный предохранитель питания
3. Кнопка включения выключения питания прибора
4. Разъем для подключения АЦП
5. Регулятор давления
6. Штуцеры для подсоединения газа - носителя

Модель МХК-2:

1. Сеть – разъем для подключения шнура питания;
2. 2А – сменный предохранитель питания;
3. Кнопка включения выключения питания прибора;
4. Разъем для подключения АЦП;
5. Регулятор давления;
6. Штуцеры для подсоединения газа – носителя.

1.4.2. Устройство и работа составных частей хроматографа МХ.

1.4.2.1. Состав блока термостата колонок (БТК).

Модели МХ содержат единый термостат колонок. В БТК устанавливается детектор по теплопроводности. См. Рис 4-5 (стр. 29 РЭ).

БТК включает следующие основные узлы и детали:

- основание (3) из стеклотекстолита, на котором крепятся все основные детали и узлы БТК;
- толстостенный дюралевый уголок или пластина (4);
- цилиндрический разъемный термостат из дюралю, состоящий из стакана (5) и крышки (6); стакан и уголок крепятся четырьмя винтами к стойкам

(21), установленным на основании (3);

- нагреватели (15), прикрепляемые к уголку (4);
- термометр сопротивления (10), устанавливаемый в паз уголка (4);
- две (или одна) разделительные колонки (11, 12);
- два (или один) инжектора (18), закрепляемые на передней части уголка (4);
- подводящие газ капилляры;
- ДТП;
- разрезной кожух (1 и 2) с термоизоляцией (20), закрывающий термостат колонок;
- электрический разъем (17) для подсоединения питания детектора, цепей нагревателя и терморегулирования.

1.4.2.1.1 Устройство ДТП.

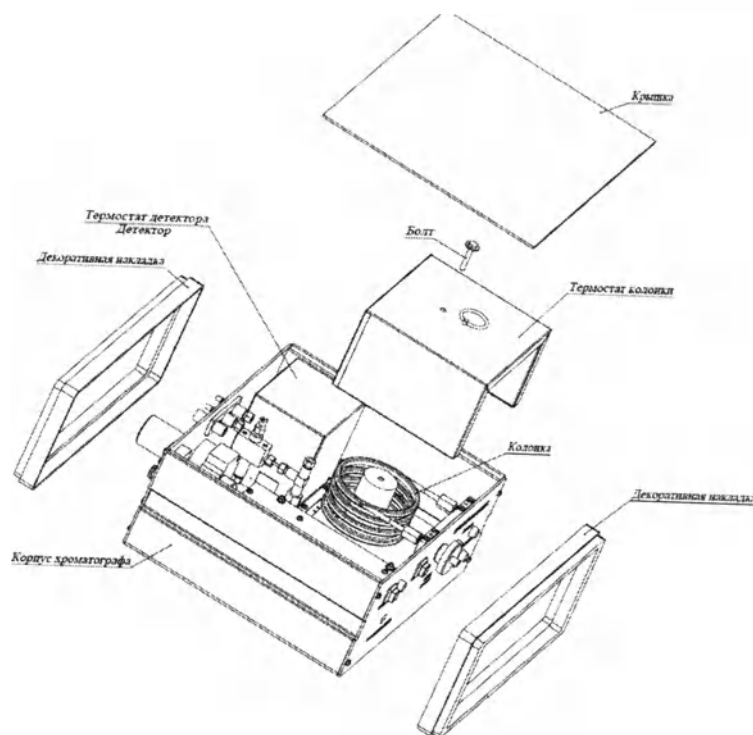
ДТП представляет собой металлический корпус с двумя каналами для прохождения газа-носителя. В каждом канале расположены по два чувствительных элемента (вольфраморениевые спирали, нагреваемые током), соединенные в электрический мост. При прохождении по обоим каналам газа-носителя мост сбалансирован и выходной сигнал равен нулю. Попадание компонента в газ-носитель приводит к изменению теплопроводности газа и температуры соответствующих чувствительных элементов, а следовательно и их сопротивления. Происходит разбаланс моста. Сигнал разбаланса регистрируется на диаграммной ленте самописца или на экране дисплея в виде хроматограммы.

1.4.2.1.2 Хроматографические колонки.

В термостате БТК могут быть расположены две (или одна) разделительные колонки из нержавеющей стали или стекла, длиной до 2 м и внутренним диаметром 2-3 мм, свитые в спираль диаметром 95 мм. Колонки заполняются сорбентом по требованию Заказчика. Модели МХК-1, МХК-2 поставляются с двумя (или одной) разделительными колонками из нержавеющей трубки длиной 2 м и диаметром 3х0,5 мм (Таб. №1, п.п.8) Максимальная рабочая температура колонки 90 °С.

1.4.2.1.2.1 Замена колонок БТК.

Замена колонок предполагает разборку БТК. Разборка БТК с ДТП выполняется в следующей последовательности.



(Рис. 7)

- отключить прибор от сети и закрыть подачу газов;
- снять верхнюю крышку МХ, для чего необходимо отвернуть четыре боковых винта;
- снять верхний кожух (1) разрезного термостата (вместе с утеплителем внутри него);
- снять верхнюю крышку (6) цилиндрического термостата, плотно одетую на его нижней половине - стакане (5);
- отвернуть от инжектора накидную гайку колонки (19) и задвинуть ее в термостат через прорезь;
- отвернуть колонку от детектора;
- повернуть колонку в вертикальную плоскость вокруг оси трубки, направленной в инжектор, и вынуть колонку.

Аналогично демонтируется и другая колонка. Сборка производится в обратной последовательности.

1.4.2.2. Устройства ввода пробы.

Ввод пробы анализируемой смеси на хроматографическую колонку осуществляют через инжекторы, от которых на лицевую сторону выходят одна или две крышки (ВВОД ПРОБЫ 1 и 2).

1.4.2.2.1. Состав инжектора.

Инжектор включает следующие детали (рис. 6, стр. 30): штуцер (1), крышку (2), направляющий иглу вкладыш (4), резиновую прокладку (5), шайбу (3), трубка 2x0,5x1500 мм (6), отверстие для проверки герметичности (7).

При замене прокладки необходимо выполнить следующие операции:

- если прибор был включен, сбросить давление газа-носителя на входе в прибор во избежание выброса сорбента из колонки (закрыть клапан или пережать шланг на входе в прибор по линии газа-носителя);
- открутить крышку инжектора;
- разобрать инжектор на детали, очистить входной участок колонки от кусочков резиновой прокладки, (для облегчения этой операции, которую необходимо выполнять регулярно, можно рекомендовать использовать крючок, изготавливаемый из иглки от шприца);
- заменить резиновую прокладку, положив ее гладкой стороной в сторону колонки;
- вложить шайбу в соответствующий паз корпуса инжектора;
- аккуратно, без усилий (чтобы не повредить резьбу) завернуть крышку инжектора, не сильно пережимая прокладку.

1.4.2.2.1.1. Проверка герметичности инжектора.

Герметичность инжектора после сборки, а также во время работы, проверяют по обмыливанию отверстий: бокового на крышке и центрального на направляющей втулке, куда вводится игла шприца. Если после некоторого количества вколов по центральному отверстию появляется при проверке пузырек, следует несколько подтянуть крышку инжектора. После интенсивной работы (100-200 вколов) прокладку необходимо заменить. Течь по боковому отверстию свидетельствует о неправильно установленных прокладке и шайбе.

Хроматограф допускает ручной ввод газовых и жидких проб с помощью шприцов, путем прокалывания иглой резиновой прокладки инжектора. Избегайте резкого ввода чрезмерно больших проб во избежание перегрузки колонки и пневматических толчков по линии газа-носителя. Также через иглу возможен ввод проб с помощью автоматических дозаторов.

1.4.2.2.1.2. Проверка герметичности линий газа-носителя.

Проверку герметичности линий газа-носителя хроматографа производят в следующей последовательности:

- заглушить выход хроматографа, перемкнув шлангом выходы из детектора;
- установить на входе в прибор манометр с пределом измерений 1-2,5 атм;
- подать газ (при давлении не более предела измерений установленного

манометра) и после выравнивания давления по манометру перекрыть подачу газа в МХ (специальным клапаном, зажимом на резиновом шланге или редуктором на баллоне, в зависимости от используемых соединений для подвода газа к прибору);

- через 2-3 мин падение давления не должно превышать 5 % (отн).

1.4.2.3. Состав и назначение узлов электронной части.

На рисунке № 7 представлена схема электрическая принципиальная МХК.

Основные узлы электрической части МХК (терморегуляторы, усилитель, блок управления детектором, сетевой трансформатор и стабилизаторы напряжения блока питания) размещены на печатной плате. Сетевой выключатель, сетевой разъем и предохранитель, а также выходной разъем хроматографа «РЕГИСТРАТОР» расположены на задней панели МХК, а органы управления и индикации - на лицевой.

Схема распайки разъема для подсоединения кабелей к регистратору или аппаратно-программного комплекса приведена на схеме электрической принципиальной МХК.

Печатная плата вместе с соединительными кабелями и проводниками обеспечивает электрические связи между компонентами электронной схемы, а также управление и индикацию режимов работы с помощью соответствующих органов, выведенных на лицевую панель прибора

Кнопка «РЕГЕНЕРАЦИЯ» позволяет выбрать соответственно температуру в термостате колонок 60 или 90 °С.

В поле УСТАНОВКА НУЛЯ выведена ось (под шлиц) переменного резистора для регулировки нулевой линии прибора. Доступ к указанному шлицу производится тонкой отверткой через отверстие на лицевой панели МХ.

Терморегуляторы обеспечивает стабилизацию температуры в термостатах блока колонок и детектора в пределах $\pm 0,2$ °С. Фактически поддерживаемая температура может отличаться от номинальной величины не более чем на ± 2 °С.

Усилитель преобразует выходной сигнал, поступающий от детектора в выходной сигнал хроматографа в виде напряжения постоянного тока в диапазоне от 0 до 1 В.

1.4.3. Принцип работы МХ.

Принцип действия хроматографа основан на применении методов газо-адсорбционной и газо-жидкостной хроматографии в режимах изотермическом и программирования температуры колонок. Компоненты анализируемой смеси в потоке ГН разделяются на сорбенте и на выходе колонки с помощью детектора фиксируются вторичным прибором в виде хроматограммы. По хроматограмме проводят качественный и количественный анализ смеси. Относительные времена удерживания, позволяют идентифицировать

вещества. Количественные расчеты проводят известными в хроматографии методами абсолютной калибровки или нормализации по площадям пиков, с использованием внутреннего стандарта и с учетом поправочных коэффициентов чувствительности детектора. В руководстве по эксплуатации, справочном руководстве к программному обеспечению «Z-Lab», соответствующей анализу методике выполнения измерений (а также в литературе по хроматографии) изложены порядок обработки хроматограммы и проведения градуировки.

Принципиальные газовые схемы моделей хроматографа приведены на рис. 9, 10.

В моделях 1 или 2 газ-носитель из баллона поступает в регулятор давления РД1, затем раздваивается на две симметричные линии, где последовательно проходит инжектор для ввода пробы Инж1 или Инж2, хроматографическую разделительную колонку К1 или К2 и из соответствующей камеры детектора по теплопроводности Д1 поступает на выход прибора.

В моделях 1 или 2, изготавливаемой по заказу потребителя может отсутствовать вторая колонка и инжектор, вместо которых по второй линии установлено пневмосопротивление. После подачи на вход прибора газового питания по всем линиям, на выходе регуляторов потоков устанавливаются давления, заданные при настройке прибора, обеспечивающие примерно, расходы 20-50 мл/мин: газа-носителя. Конкретные значения потоков оператор может проверить и установить с помощью пенного измерителя и секундомера: на выходе, на штуцере, расположенном на задней панели.

ВНИМАНИЕ. Не ставьте измеритель расхода выше уровня выходных штуцеров прибора, а также не забывайте отсоединять шланги на выходе прибора, во избежание попадания жидкости в выходные коммуникации прибора.

Входное давление перед колонкой определяют, сделав на мягком шланге переходник с иглой для подсоединения к манометру с пределом измерений на 2,5 ат. Измерение давления после прокалывания иглой резинового уплотнения инжектора производят через некоторое время после его выравнивания. В дальнейшем, откалибровав по давлению, можно ориентировочно контролировать скорость потока газа-носителя через колонку.

Скорости потоков по всем линиям изменяют с помощью входных регуляторов давления (или расхода) по соответствующей линии, органы управления которых выведены на заднюю стенку МХК. Рекомендуется отверткой поворачивать шлиц винта РД на контролируемую величину, чтобы всегда можно было вернуться к исходному положению. Вращение винта РД по часовой стрелке приводит к увеличению давления на выходе РД и соответственно к увеличению скорости. Уменьшение скорости происходит при вращении винта РД против часовой стрелки. Изменение скорости потока по линии

газа-носителя можно контролировать по изменению времени удерживания вводимых в колонку компонентов.

После подачи газа следует включить электрическое питание прибора и нагрев термостата. Рекомендуется подождать, около 10 мин, чтобы продуть все входные коммуникации и прогреть термостат. Через два часа после включения прибора (а в ряде случаев и раньше) прибор выходит на рабочий режим. Это можно проконтролировать по равномерному миганию лампы НАГРЕВ, а также по дрейфу нулевой линии.

Прибор готов к работе. Порядок подключения, подготовки и работы с прибором будут изложены в соответствующих главах настоящего РЭ.

1.5. Маркировка.

1.5.1. На задней панели хроматографа должен быть установлена табличка по ГОСТ 12969, на котором фотохимическим способом и клеймением нанесено:

- наименование предприятия-изготовителя;
- обозначение модели хроматографа;
- номер хроматографа по системе нумерации предприятия-изготовителя;
- год выпуска (или две последние цифры);
- обозначение настоящих технических условий;
- напряжение питания и частота тока;
- потребляемая мощность;
- тип и класс защиты от поражения электрическим током;
- степень защиты от воды и твердых частиц.

1.5.2. Маркировка транспортной тары выполняться в соответствии с требованиями ГОСТ 14192 и иметь манипуляционные знаки:

«Хрупкое. Осторожно», «Беречь от влаги», «Верх».

1.5.3. Задняя панель хроматографа опломбирована.

1.6. Упаковка.

1.6.1. Перед упаковыванием в транспортную тару все составные части хроматографа и комплект ЗИП укладываются в чехлы из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354.

1.6.2. Групповая упаковка хроматографов в контейнеры не допускается.

1.6.3. Компьютер персональный типа IBM PC и принтер лазерный монохромный должны поставляться в оригинальной упаковке с сохранением маркировки фирмы-изготовителя.

II. Использование по назначению.

2.1. Эксплуатационные ограничения.

2.1.1. Конструкция хроматографа в отношении требований безопасности соответствует ГОСТ 12.2.003.

2.1.2. К работе с хроматографом и обслуживанию допускаются лица, имеющие необходимую квалификацию, прошедшие инструктаж по технике безопасности и санитарии на рабочем месте и ознакомленные с правилами обслуживания хроматографа.

2.1.3. Хроматограф должен устанавливаться в закрытых взрыво- и пожаро- безопасных помещениях, оборудованных вытяжной вентиляцией.

2.1.4. Электрическая изоляция силовой цепи относительно корпуса имеет сопротивление не менее 20 МОм.

2.1.5. Хроматограф должен быть заземлен. Защитное заземление должно соответствовать ГОСТ 12.2.007.0. Требования к заземлению:

1) сопротивление между неокрашенной частью корпуса и заземляющей клеммой должно быть не более 0,1 Ом;

2) конструкция внешнего заземляющего устройства должна соответствовать "Правилам устройства электроустановок" (ПУЭ);

2.1.6. Хроматограф питается от сети переменного тока 220 В частотой 50 Гц. Запрещается проводить ремонт хроматографа, не отключив его от сети.

2.1.7. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 атм), необходимо соблюдать ГОСТ 12.2.085-82.

2.1.8. Хроматограф нельзя устанавливать в местах, где он может подвергаться воздействию сильных сквозняков, колебаниям температуры, вибрации, электрическим помехам.

2.1.9. Хроматограф не допускается к работе, если не прошел проверку по Инструкции методики проверки.

2.1.10. Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работу хроматографа, должны отсутствовать.

2.2. Подготовка хроматографа МХ к работе:

2.2.1. Требования к рабочему помещению и месту монтажа хроматографа.

2.2.1.1. Хроматограф должен быть установлен на лабораторном столе.

ВНИМАНИЕ. Хроматограф нельзя устанавливать в местах, где он может подвергаться воздействию сильных сквозняков, колебаниям температуры, вибрации, электрическим помехам.

2.2.1.2. К рабочему месту должны быть подведены линии газа-носителя, силовое электрическое питание (однофазная сеть переменного тока напряжением 220 В, частотой 50 Гц).

2.2.1.3. Температура окружающей среды в диапазоне- (10-35) °С;

2.2.1.4. Атмосферное давление в диапазоне- (84-106,7) кПа;

2.2.1.5. Относительная влажность в диапазоне (30-80) %.

2.2.1.6. Перед эксплуатацией хроматограф необходимо в течение 4 ч выдержать при комнатных условиях, а затем прогреть с включенным газом-носителем в течение 2 ч при температуре максимально допустимой для установленных колонок (п.1.4.2.1.2.).

2.2.2. Установка и монтаж хроматографа:

2.2.2.1. Подвести к хроматографу линии от источников газа-носителя подсоединить их к соответствующим штуцерам на задней панели МХК (ВХОД Г-Н). В зависимости от используемых в лаборатории коммуникаций и соединений, при необходимости, использовать имеющийся в ЗИП трубопровод. Подать давление и проверить герметичность обмыливанием мест соединений.

ВНИМАНИЕ. Не применять больших усилий при затягивании соединительных гаек. При невозможности достигнуть герметичности заменить уплотняющую муфту или прокладку.

2.2.2.2. Проконтролировать соответствие расходов и давлений значениям, полученным при проведении приемосдаточных испытаний (ПСИ).

2.2.2.3. От разъема РЕГИСТРАТОР на задней панели МХК подсоединить соответствующий сигнальный кабель к аналого-цифровому преобразователю «Z-Хром» в соответствии со схемой, приведенной на рис. 8.

2.2.2.4. Включить вилку сетевого кабеля хроматографа в сеть.

2.2.2.6. Включить тумблер СЕТЬ на задней панели хроматографа. Должны загореться сигнальные лампы СЕТЬ и НАГРЕВ.

2.2.2.7. Убедившись в правильности монтажа, выключить хроматограф, для чего выключить тумблер (или кнопку) СЕТЬ, при этом погаснут все сигнальные лампы. Отключить сетевой кабель от розетки. Закрыть газы с помощью редукторов на баллонах и соответствующих вентилей (или клапанов).

2.2.3. Включение и опробование работы хроматографа МХ.

2.2.3.1. Подать на вход МХК давление газа-носителя не менее 5 атм.

2.2.3.2. Включить МХК в соответствии с разделом п. 2.2.2.

2.2.3.3. Включить аналого-цифровой преобразователь «Z-Хром».

Через 2 ч после включения хроматограф выходит на рабочий режим.

2.2.4. Проверка работоспособности хроматографа МХ.

2.2.4.1. Проверку работоспособности МХК производят через 2 ч после его включения и выхода на рабочий режим. Затем в соответствии с выбранной пользователем методикой выполнения измерений вводят контрольную смесь в хроматографическую колонку, установленную в каждой модели.

2.2.4.4. После выхода хроматографа на рабочий режим:

- дрейф и шум прибора должны удовлетворять требованиям п.п. 10 и 11 таблицы №1;
- высота пика контрольного вещества должна соответствовать п. 15

таблица №1.

2.3. Использование хроматографа МХ:

2.3.1. Выбор режима анализа.

В зависимости от аналитической задачи потребитель, в соответствии с выбранной методикой выполнения измерений (МВИ), сам определяет необходимые условия работы:

- параметры колонки;
- наполнитель колонок;
- режим работы термостата колонок;
- расход газа носителя по колонкам;
- величину вводимой пробы;
- шкалу измерений.

2.3.2. Ввод пробы.

Выбор пробы осуществляют:

- в моделях МХК-1, МХК-2 (с инжекторами) шприцем:
 - газовым по ТУ 64-3776;
 - для жидкостей по ТУ 25.05-2152-76.

ВНИМАНИЕ. Ввод газовой пробы шприцем необходимо производить плавно во избежание пневматических толчков и заброса анализируемого вещества во входные коммуникации прибора.

3.3.3. После включения прибора, производят работы по выбранной методике выполнения измерений.

3.3.4. После интенсивной работы необходимо охлаждать колонки в потоке газа-носителя. Выключение хроматографа производить в соответствии с п.2.2.2.8.

3.3.5. После интенсивной эксплуатации прибора в конце рабочего дня рекомендуется кондиционировать колонки в течение 1 ч при максимальной температуре, допускаемой для данной колонки (п. 1.4.2.1.2).

2.3.3. Возможные неисправности и методы их устранения.

2.3.1. Хроматограф подлежит текущему ремонту в соответствии с ГОСТ 2.602. Средний капитальный ремонт не производится.

2.3.2. Общие указания по проведению ремонтных работ.

Обслуживающий персонал имеет право собственными силами выполнить следующие работы:

- 1) заменить резиновое уплотнение в инжекторе;
- 2) подтянуть гайки в местах подсоединения газовых линий;

3) изменять расход газа-носителя с помощью регулятора давления и дросселей в соответствии с п. 1.4.3.

Все прочие работы по обслуживанию, замене колонки, регулированию, ремонту аналитической и электронной частей хроматографа должны выполняться квалифицированным персоналом службы КИП или на предприятии-изготовителе.

2.3.3. Перечень возможных неисправностей приведен в табл. 2.

Таблица №2

Перечень возможных неисправностей хроматографа

Признак неисправности	Возможная причина	Способ устранения
1. При включении МХ не горит лампа СЕТЬ	Перегорел предохранитель	Заменить предохранитель
	Обрыв в цепи электропитания	Проверить сетевой шнур
2. Не горит или непрерывно горит лампа НАГРЕВ	Разрыв цепи нагревателя, плохой контакт в разъемах.	Пошевелить платы в разъемах кабелей от ПО к БТК и БП, плату БРТ.
	Разрыв в цепи термометра сопротивления.	Устранить разрыв
	Неисправен БРТ	Отремонтировать БРТ
3. Отсутствуют хроматографические пики	Неисправен самописец или произведено неправильное его включение	Проверить подключение кабеля в соответствии с п. 2.2.2.3.
		Проверить самописец в соответствии с его ТО
	Шприц для ввода пробы негерметичен.	Отремонтировать или заменить шприц
	Утечка газа в инжекторе.	Заменить резиновое уплотнение (п. 1.4.2.2), проверить установку шайбы.
	Отсутствует ГН	Манометром (п. 1.4.3), проверить давление на входе в колонку; установить требуемый расход.
	Обрыв сигнального кабеля.	Отремонтировать кабель.
5. Изменились времена удерживания пиков.	Изменилась скорость потока ГН	Подрегулировать удерживание пиков в небольших пределах с помощью РД или в большем интервале Др1 и Др2; фактич. скорость определить (п. 1.4.3).
	Негерметичность по линии ГН.	Проверить герметичность инжекторов (п. 1.4.2.2).

6. Амплитуда выходного сигнала по контрольной смеси ниже минимального значения.	Для выбранных условий анализа чрезмерное размывание пиков	Перейти на более чувствительную шкалу.
	Утечка пробы в шприце.	Уплотнить или заменить шприц.
	Утечка пробы в инжекторе	Устранить течь в инжекторе (п. 1.4.2.2).
	Снизилась чувствительность детектора.	Проверить расходы
7. Перо регистратора не устанавливается на нуль при переключении шкал.	Несоответствие нулей МХ и регистратора.	Совместить нуль МХК с нулем регистратора (п. 2.2.3.4).
8. Пики регистрируются в отрицат. сторону.	Неправильно выбрана полярность	Установить полярность (п. 2.2.4.3)
9. Сильный односторонний дрейф нулевой линии, большой фоновый ток	Негерметичность газовых линий	Проверить скорости потоков, устранить утечки
	Плохо откондиционирована колонка	Откондиционировать колонки при максимальной т-ре для данной НФ (п. 2.3.5) до стабилизации фона.
	Засорен инжектор кусочками резиновой прокладки.	Удалить кусочки прокладки, сменить ватку (п. 1.4.2.2).
	Неисправен БРТ.	Отремонтировать или заменить БРТ.
10. Волнообразный дрейф нулевой линии.	Неисправен РД по линии ГН	Отремонтировать или заменить РД
	Низкое давление в баллонах ГН, водорода, воздуха (менее 3 ат).	Заменить баллон с газом.
11. Большой уровень флукуационных шумов	Недостаточно кондиционирована колонка	Откондиционировать колонку (п. 2.3.5.).
	Примеси в потоках газов	Поставить очистку из силикагеля. и молек. сит по линиям газов.
	Плохое заземление МХК и регистратора	Заземлить МХК (пп. 2.1.5, 2.2.2.4) и регистратор согласно его РЭ.
12. Невозможность установить ноль МХК	Большой разбаланс моста	Установить ноль с помощью дополнительного сопротивления со шлицом на лицевой панели.

III. Техническое обслуживание хроматографа МХ.

3.1. Виды технического обслуживания.

3.1.1. В зависимости от сроков проведения, техническое обслуживание хроматографа подразделяется на следующие виды:

- 1) ежедневное;
- 2) еженедельное;
- 3) ежемесячное;
- 4) годовое.

3.2. Содержание работ по техническому обслуживанию.

3.2.1. В состав ежедневного технического обслуживания входят следующие работы:

- 1) включение и выключение хроматографа;
- 2) наружный осмотр, удаление загрязнений (пыль, остатки мыла в местах проверки герметичности);
- 3) проверка наличия выходного сигнала при введении контрольной смеси анализируемого вещества;
- 4) удаление частиц резинового уплотнения в инжекторе по п. 1.4.2.2;

3.2.2. В состав еженедельного технического обслуживания входят следующие работы:

- 1) ежедневное техническое обслуживание;
- 2) кондиционирование колонки по п. 2.3.5.

3.2.3. В состав ежемесячного технического обслуживания входят следующие работы:

- 1) еженедельное техническое обслуживание;
- 2) проверка времени выхода на режим, уровня флуктуационных шумов, дрейфа нулевой линии в соответствии с п. 5.2. Инструкции (Методика поверки);

3.2.4. В состав годового технического обслуживания входят следующие работы:

- 1) ежемесячное техническое обслуживание;
- 2) проведение периодической поверки в полном объеме по Инструкции (Методика поверки) настоящего РЭ.

IV. Транспортирование и хранение.

4.1. Транспортирование.

4.1.1. Транспортирование хроматографов в упаковке должно производиться в закрытых железнодорожных вагонах, трюмах судов и автомашинах с

защитой от дождя и снега в соответствии с правилами перевозки грузов.

4.1.2. При транспортировании должны выполняться требования предупредительных надписей на упаковке. Во время погрузочно-разгрузочных работ хроматограф в упаковке не должен подвергаться резким ударам и воздействию атмосферных осадков.

4.1.3. Условия транспортирования хроматографов должны соответствовать условиям хранения 5 (ОЖ4), а условия хранения группе условий хранения 2 (С) по ГОСТ 15150.

4.1.4. Погрузочно-разгрузочные работы должны выполняться с соблюдением требований ГОСТ 12.3.009.

4.1.5. Упакованный хроматограф должен быть закреплен на транспортном средстве способом, исключающим его перемещение при транспортировании.

4.2. Хранение.

4.2.1. Хранение хроматографов должно производиться в закрытых сухих вентилируемых помещениях в упакованном виде в положении, определяемом знаком «Верх, не кантовать».

4.2.2. Хранение хроматографа в одном помещении с кислотами, реактивами и другими веществами, которые могут оказать вредное воздействие на них, не допускается.

4.2.3. После транспортирования и хранения при отрицательных температурах перед распаковыванием хроматограф должен быть выдержан при нормальной температуре не менее 24 часов.

4.3. Гарантии изготовителя.

4.3.1. Изготовитель гарантирует соответствие хроматографа требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения, ввода в эксплуатацию, эксплуатации и технического обслуживания, установленных Техническими условиями и эксплуатационной документацией, и при условии сохранности пломбы.

4.3.2. Гарантийный срок эксплуатации хроматографа – 12 месяцев со дня ввода в эксплуатацию.

4.3.3. Гарантийный срок хранения хроматографа – 12 месяцев со дня изготовления.

4.3.4. Средний срок службы составляет 6 лет.

V. Утилизация.

Изделие требует экологически безопасного вывода из эксплуатации и его переработки. Соблюдайте правила вывода из эксплуатации и утилизации, действующие на территории РФ и указанных в Руководстве по эксплуатации.

VI. Контактные данные производителя.

Изготовитель: Общество с ограниченной ответственностью «Научно-исследовательский и конструкторский институт хроматографии», ООО «НИИХром»

Юр.адрес: 109316, Москва, Волгоградский пр-т, дом 3/5, стр. 2

Факт. адрес: 119121, г. Москва, ул. Плющиха, д. 33

Тел.: 8(499)2485445

E-mail: info@niichrom.ru

Веб-адрес в сети интернет: www.niichrom.ru

VII. Приложение.

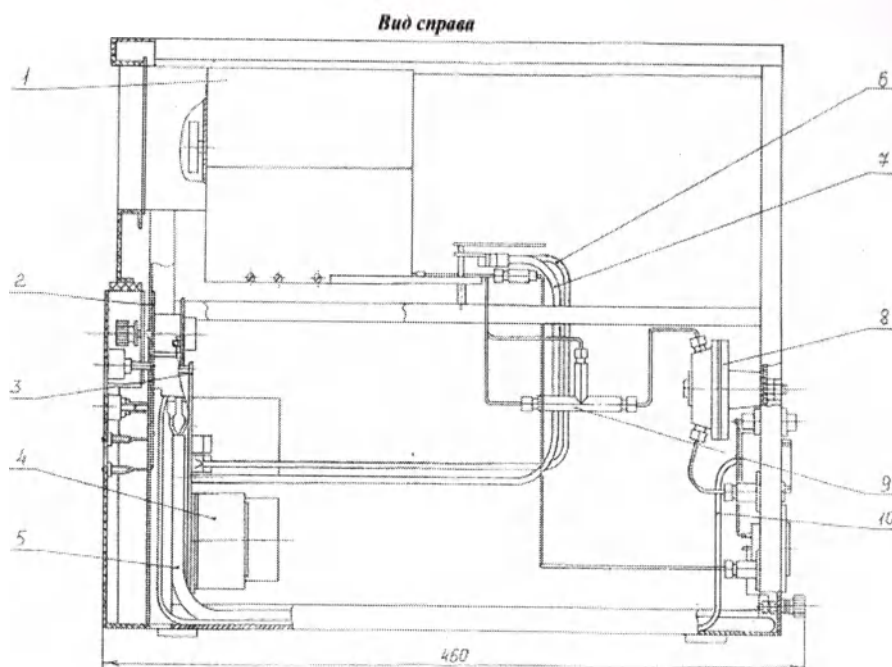


Рис. 1

1 - блок термостата колонок БТК, 2 - панель оператора ПО, 3 - материнская плата, 4 - блок питания, 5 - кабель сетевого питания нагревателя блока термостата колонок БТК, 7 - кабель для подключения материнской платы МП к блоку термостата колонок БТК, 8 - регулятор давления РД, 9 - тройник, 10 - кабель для подсоединения платы оператора ПО к разъему «Регистратор».

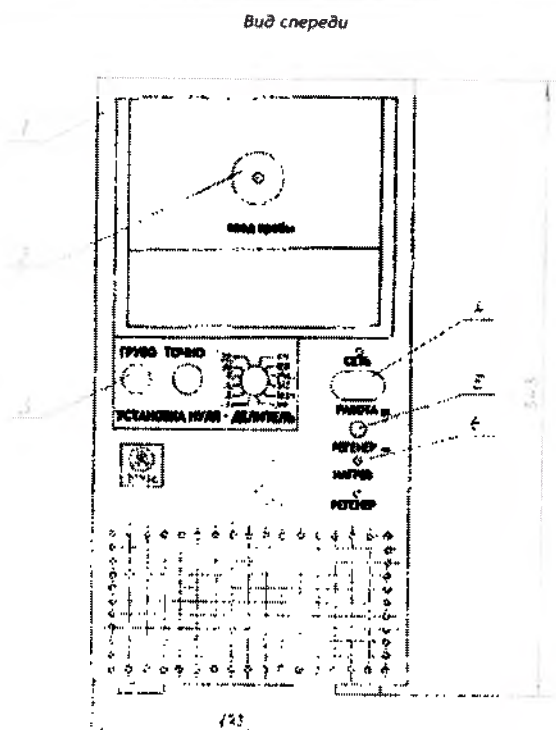


Рис. 2

1 - корпус «Mini Tower», 2 - крышка, 3 - ручка, 4 - кнопка включения электрического сигнала, 5 - кнопка, 6 - светодиод.

Вид сзади

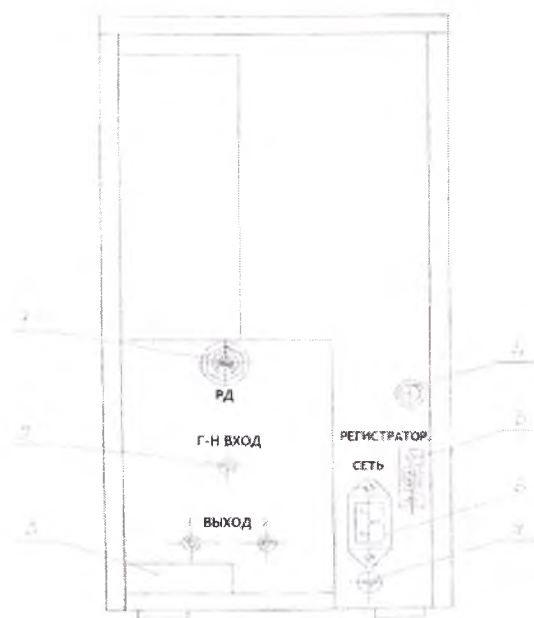


Рис. 3

1 - шлиц регулятора, 2 - штуцер, 3 - шильдик, 4 - предохранитель,
5 - разъем, 6 - разъем, 7 - клемма заземления



Фото №1 – передняя панель MXK-1.



Фото № 2 - задняя панель МХК-1.

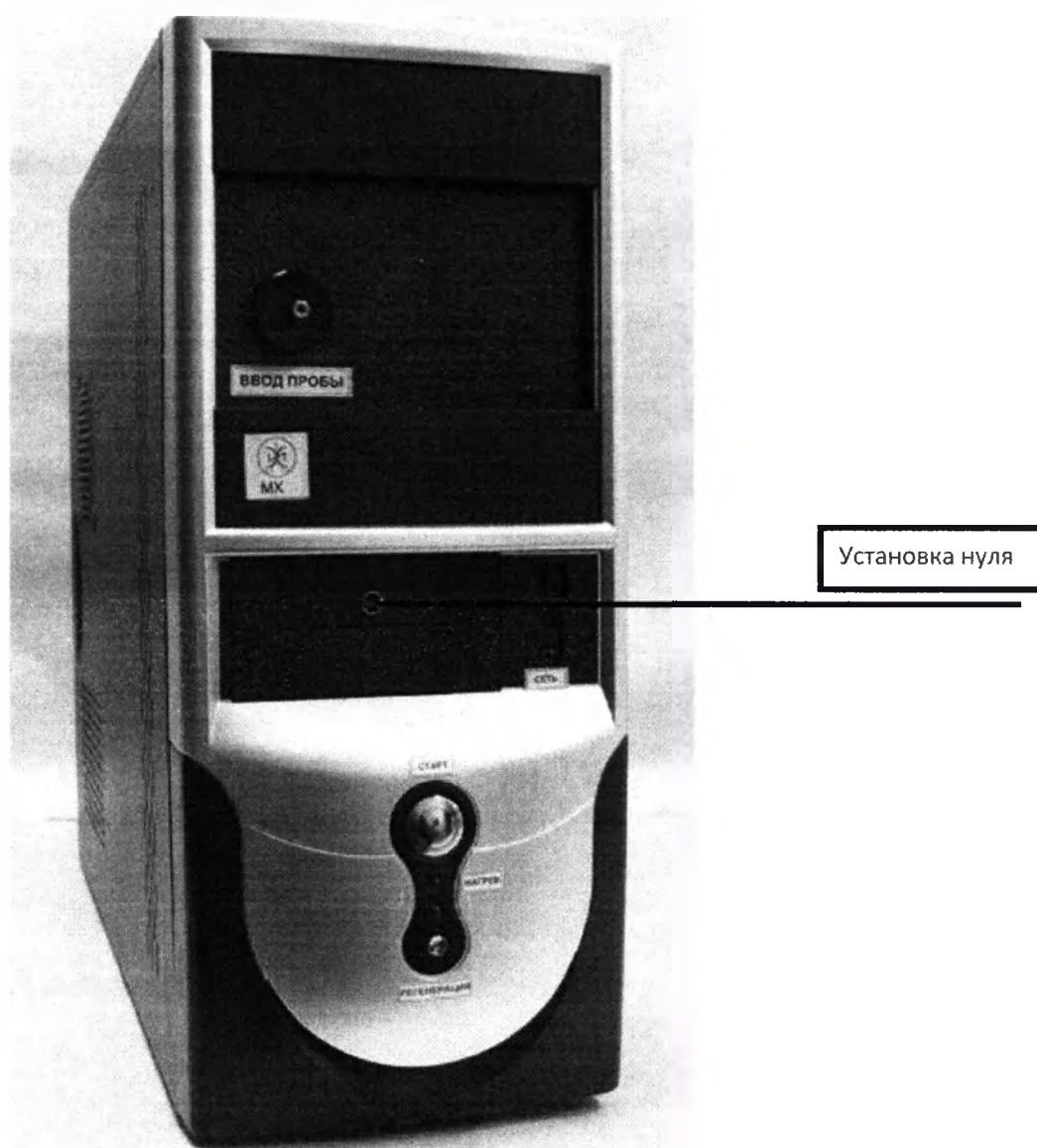


Фото №3 – передняя панель МХК-2.

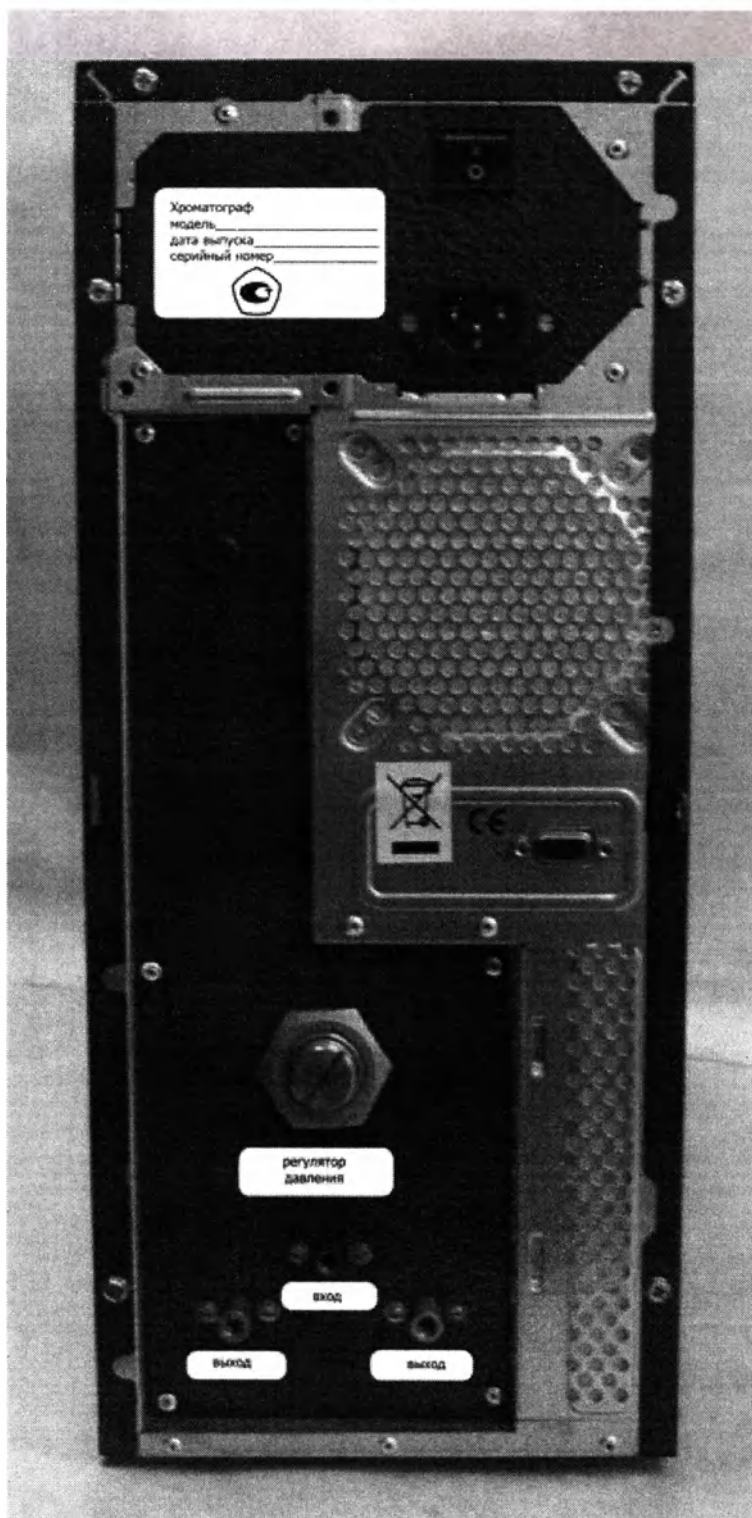
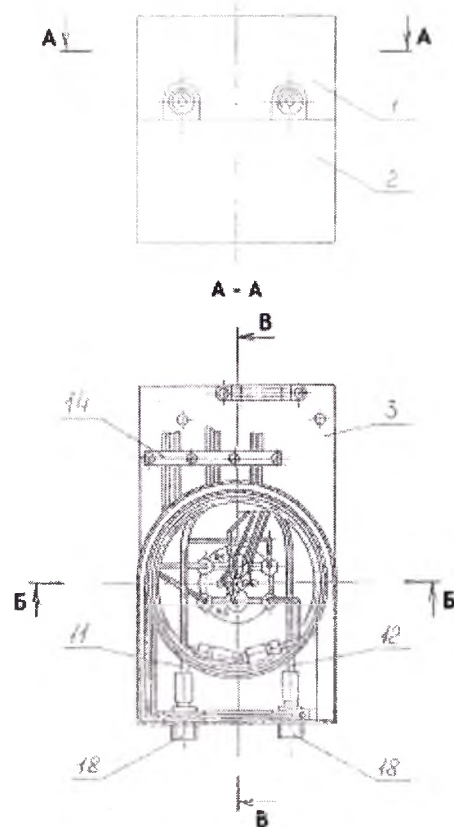


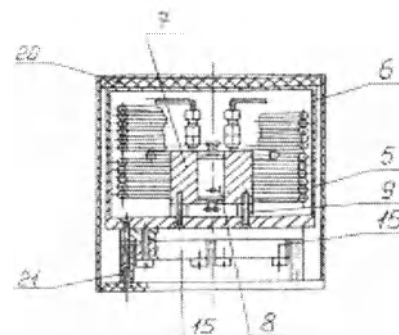
Фото №4- задняя панель МХК-2.

Блок термостата колонок



Блок термостата колонок (продолжение)

Б-Б



В-В

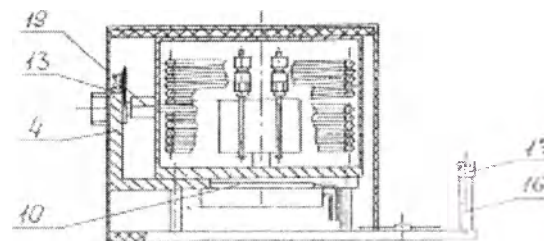


Рис. 5

1 - кожух, 2 - кожух, 3 - основание, 4 - уголок, 5 - стакан, 6 - крышка, 7 - корпус, 8 - ячейка, 9 - стойка, 10 - термометр сопротивления, 11 - колонка нижняя, 12 - колонка верхняя, 13 - планка, 14 - планка, 15 - нагреватель, 16 - стойка, 17 - разъем, 18 - инжектор, 19 - гайка накидная, 20 - прокладка, 21 - стойка.

Рис.4-5 Блок термостата колонок

Инжектор

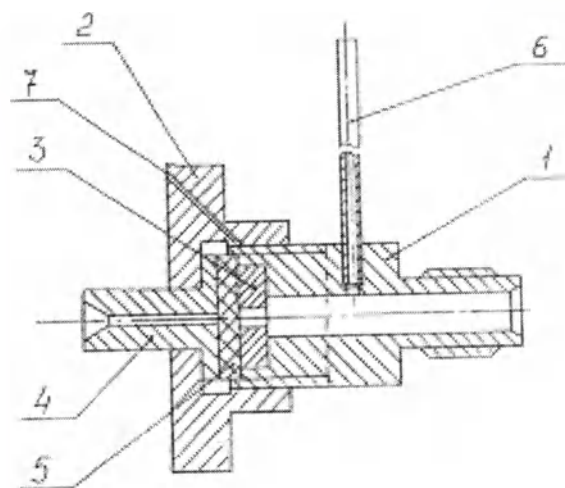
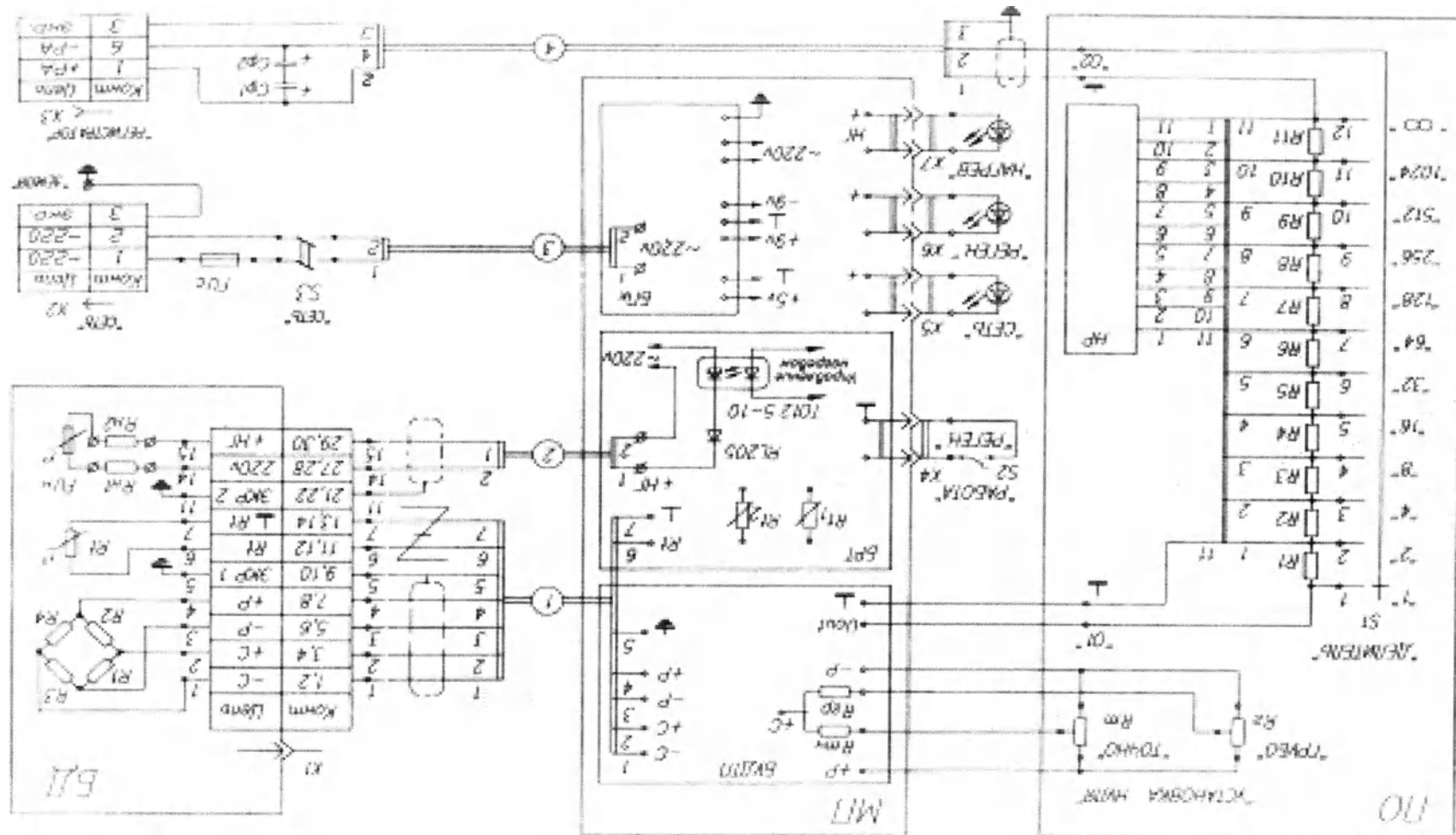


Рис. 6

1 - штуцер, 2 - крышка, 3 - шайба, 4 - вкладыш, 5 - прокладка резиновая, 6 - трубка 2,0х0,5х1500 мм, 7 - отверстие для проверки герметичности

Рис.6. Инжектор.

Рис. 7 Схема электрическая принципиальная МХК



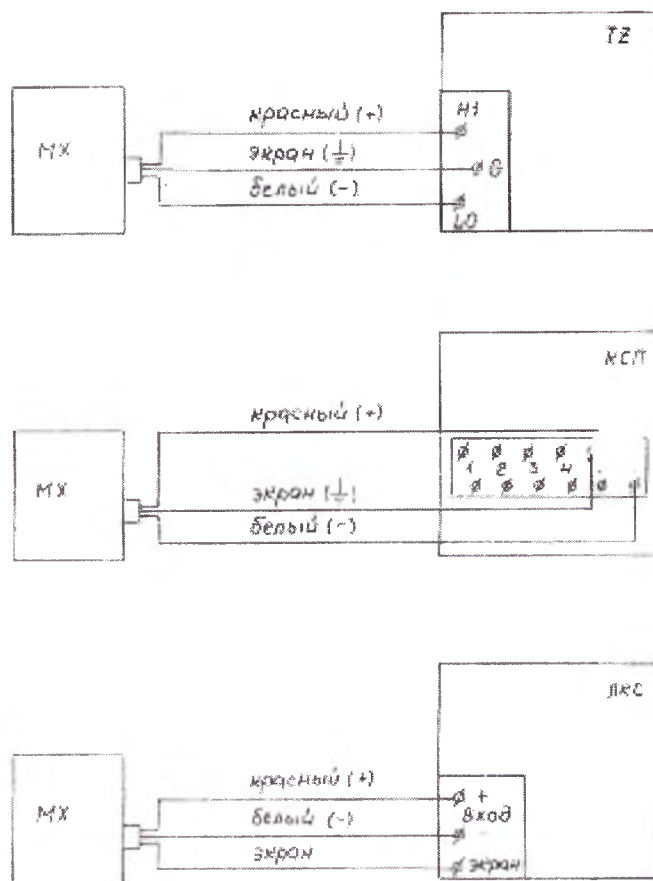
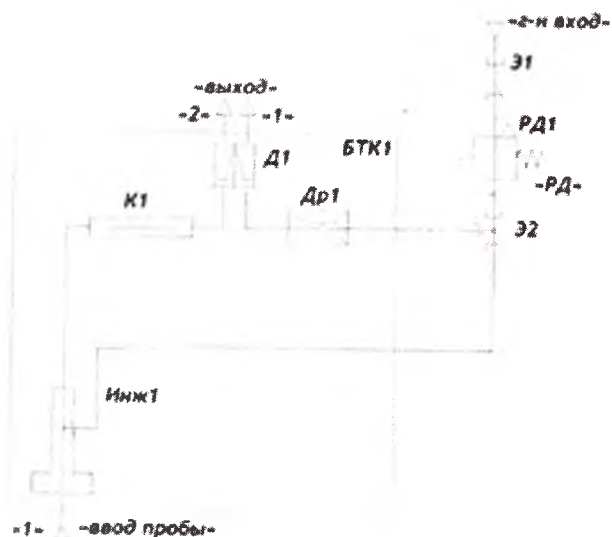


Рис.8. Варианты подключения хроматографа к регистратору и компьютеру.

Схема газовая принципиальная



БТК1 - блок термостата колонок, Д1 - детектор по теплопроводности, Инж1 - инжектор, К1 - хроматографическая колонка, Др1 - пневмосопротивление, РД1 - регулятор давления, З1 - штуцер, З2 - тройник.

Рис.9. Схема газовая принципиальная модель МХК-1, -2.

Схема газовая принципиальная



БТК1 - блок термостата колонок, Д1 - детектор по теплопроводности, Инж1 - инжектор, К1 - хроматографическая колонка, Др1 - пневмосопротивление, РД1 - регулятор давления, З1 - штуцер, З2 - тройник.

Рис.10. Схема газовая принципиальная модель МХК-1, -2.

IX. ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ

БП - блок питания;

БРТ - блок регулирования температуры;

БТК - блок термостата колонок;

БУДТП- блок управления детектором по теплопроводности;

БУДТХ - блок управления термохимическим детектором;

БЭУ - блок электрометрического усилителя;

ГН - газ-носитель;

Д - детектор;

ДИП - детектор ионизации пламени;

ЗИП - комплект запасных частей и принадлежностей;

Инж - инжектор;

К1, К2 - колонки хроматографические;

КИП – квалифицированная персональная служба;

КСП, ЛКС, TZ- регистраторы;

МХ -малогабаритный хроматограф;

МХК - малогабаритный хроматограф с детектором по теплопроводности (катарометром);

МХП - малогабаритный хроматограф с пламенно-ионизационным детектором;

ПК - персональный компьютер;

ПО - пульт оператора;

ПСИ - приемосдаточные испытания;

РД - регулятор давления;

СКО - среднее квадратическое отклонение;

ТУ - технические условия

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Всего прошито, пропущено
и скреплено 34 (Тридцать четыре)
листа

Генеральный директор
ООО «Цирми»



Врачевский А. В.