

УТВЕРЖДАЮ



Генеральный директор
ООО «ИНТЕРЛАБ»

Н.В. Литвинова

«05» апреля 2021 г.

ХРОМАТОГРАФ ГАЗОВЫЙ ЛАБОРАТОРНЫЙ «МАЭСТРО ГХ»

ТУ 26.60.12-002-14267540-2019

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

РЭ 26.60.12-002-14267540-2019

Версия 2. Дата введения: 05.04.2021г.

2021

СОДЕРЖАНИЕ

Наименование изделия и сведения о производителе	9
Информация о технике безопасности	9
Символы и обозначения, предупреждающие об опасности, используемые в настоящем Руководстве	10
Символы и обозначения, подлежащие учету при перевозке и хранении.....	11
Используемые сокращения	11
Меры предосторожности при обращении с хроматографом	12
Общие предупреждения	12
Выключение основного блока хроматографа	13
Меры предосторожности при поднятии и переноске оборудования.....	14
Соблюдение правил техники безопасности	14
Гарантийные обязательства	17
Гарантийные обязательства по предоставляемой документации	17
Общая формулировка гарантийных обязательств	17
Назначение и состав хроматографа.....	19
Требования к персоналу	19
Комплектность	20
Основные характеристики	24
Функциональные возможности хроматографа	27
Требования к помещению, в котором размещается хроматограф	28
Общие указания по эксплуатации	29
Общие указания по техническому обслуживанию.....	29
Управляющие таблицы.....	30
Заголовок управляющей таблицы	31
Параметры, показываемые цифровым индикатором	31
Фактическая оснастка прибора.....	31
Пользование управляющими таблицами.....	32
Ряд специфичных особенностей прибора.....	36
Колонки.....	36
Методы и программы анализов	36
Сведения о техническом обслуживании основного блока хроматографа.....	37
Предохранители и батарейка	37
Описание других органов управления и световых индикаторов	39
Находящиеся на передней панели основного блока хроматографа клавиши управления, цифровой индикатор и световые индикаторы.....	39
Цифровой индикатор	39
Клавиши со стрелками, направленными вверх или вниз (▲ или ▼).....	40
Указатель (<)	40
Звездочка (*).....	40
Если прибор подает звуковой сигнал тревоги (сигналы "бип").....	41

Мигающее значение	41
Фактические и заданные значения	41
Предупреждающие сообщения.....	41
Сообщения об ошибках.....	42
Иные предупреждающие сообщения об ошибках.....	42
Панель со световыми индикаторами состояния	43
Назначение световых индикаторов, имеющихся на панели, информирующей о состоянии	43
Клавишный пульт	44
Мгновенно срабатывающие клавиши: Запуск (клавиша с символом компании Интерлаб), Предстарт и Стоп	44
Клавиши Запуск (клавиша с символом компании Интерлаб) и Стоп.....	44
Клавиша «Предстарт»	44
Клавиши функций.....	45
Клавиши, дающие быстрый доступ: «Темп» (температура), «Давл» (давление), «Поток», «Нагрев#» (номер сегмента изменения температуры)	46
Клавиши «Темп» (температура), «Давл» (давление) и «Поток»	46
Клавиша «Нагрев#» (номер сегмента изменения температуры).....	47
Клавиша «Информ» (информация)	48
Управляющая таблица с указанием того, что хроматограф готов или не готов к работе	48
Сводная информация о состоянии	48
Процедура: указание вида таблицы со сводной информацией о состоянии	48
Прочие клавиши; клавиша «Время»	49
Пользование секундомером	49
Клавиша «Журнал».....	49
Клавиша «Варианты»	49
Клавиши, изменяющие состояние прибора или используемые при редактировании	50
Клавиша «Режим».....	50
Клавиша «Очистка»	50
Клавиша «Удалить»	50
Клавиша " ."	50
Клавиша " - "	51
Параметры, предполагаемые системой автоматически	51
Регулирование скоростей потока и давления.....	51
Выключение термостата.....	51
Включение и выключение потоков газа	52
Электронное регулирование потоков	52
Расшифровка показаний скорости потока и давления	52
Указание конфигурации	53
Испаритель для капиллярной колонки и сама колонка.....	53
Указание характеристик колонки.....	53
Дополнительные замечания, касающиеся указания характеристик колонок	54
Указание типа газа-носителя	54

Выбор режима подачи газа через колонку	54
Указание скорости потока.....	54
Указание давления	55
Указание исходной скорости потока, исходного давления или средней линейной скорости	55
Программирование изменения скорости потока или давления (если это требуется)	55
Резюме.....	56
Указание остальных параметров, определяющих режим работы испарителя для капиллярной колонки	56
Термостат.....	57
Предохранительные меры.....	57
Максимальная температура	58
Продолжительность периода уравнивания.....	58
Проведение разгонки при запрограммированном изменении температуры.....	58
Испаритель для капиллярной колонки, с делением потока.....	59
Пользование таким испарителем.....	59
Затягивание гайки, фиксирующей септу	59
Вставки в испаритель для капиллярной колонки	59
Процедура: Замена вставки в испарителе.....	59
Перечень требуемых материалов и приспособлений.....	59
Пневматические устройства, обслуживающие работу в режиме деления потока	62
Управляющая таблица, соответствующая работе с делением потока	62
Процедура: Работа в режиме деления потока при пользовании колонкой с указанными характеристиками	63
Процедура: Работа в режиме деления потока при пользовании колонкой, характеристики которой не указаны.....	63
Введение образца импульсом давления при работе с делением или без деления потока	64
Управляющая таблица, соответствующая введению образца импульсом давления с делением потока	65
Процедура: Пользование введением образца импульсом давления с делением потока.....	66
Обслуживание испарителя для капиллярной колонки.....	67
Замена септы.....	67
Процедура: Замена септы.....	68
Замена уплотнительного кольца.....	70
Уплотнительные кольца, используемые в испарителе для капиллярных колонок:	70
Процедура: Замена уплотнительного кольца и (возможно) вставки в испаритель.....	71
Замена кольцевого уплотнителя, вкладываемого под вставку испарителя	73
Процедура: Замена кольцевого уплотнителя, вкладываемого под испарительную камеру.....	73
Замена патронного фильтра-ловушки, установленного в отводящий канал	75
Процедура: Проверка отсутствия утечек из каналов подводки газа.....	76
Процедура: Проверка отсутствия утечек из испарителя для капиллярной колонки.....	77
Процедура: Устранение утечек.....	79
Процедура: Чистка испарителя для капиллярной колонки	80

Установка основного блока хроматографа.....	82
Контрольный перечень, помогающий проверить подготовленность места	82
Приспособления, принадлежности и инструмент, требующиеся для установки	82
Установка основного блока хроматографа.....	82
Этап 1. Распаковка основного блока хроматографа.....	83
Этап 2. Установка основного блока хроматографа на рабочий стол.....	83
Этап 3. Включение питания	84
Этап 4. Подсоединение трубки, подводящей гелий, к источнику газа.....	84
Этап 5.. Подсоединение трубки, подводящей гелий, к входному соединителю испарителя для капиллярной колонки	85
Этап 6. Проверка отсутствия утечек	86
Установка устройства автоматического ввода на 16 жидких проб	86
Масс-селективный детектор	89
Введение. Краткое ознакомление с принципом работы масс-селективного детектора.....	89
Основные узлы масс-селективного детектора	93
Вакуумная система	94
Вакуумная камера	96
Форвакуумный насос.....	96
Датчик степени разряжения, создаваемой форвакуумным насосом.....	96
Турбомолекулярный насос.....	96
Места ввода газа в вакуумную камеру	97
Интерфейс для подключения масс-селективного детектора к основному блоку хроматографа	97
Тестовый клапан, вводящий стандарт для калибровки шкалы масс	98
Вентиль для запуска воздуха в камеру анализатора.....	99
Источник ионов.....	99
Ионизационная камера	100
Электронно-оптическая система, используемая в источнике ионов	100
Анализатор.....	101
Запатентованный S-образный фильтр.....	101
Квадрупольный анализатор	101
Регистратор.....	102
Блок с электронными схемами	104
Вентиляторы.....	104
Жидкокристаллический дисплей с сенсорными клавишами.....	105
Главное меню	105
Подраздел, связанный с диагностическими функциями.....	106
Подраздел сетевых настроек.....	107
Подраздел, управляющий включением и выключением	107
Подраздел, информирующий о состоянии	108
Краткое подведение итогов описания конструкции масс-селективного детектора.....	110
Краткое ознакомление с программным обеспечением «Маэстро». Описание способа его	

установки	111
Загрузка программного обеспечения	111
Требования к компьютеру	111
Указания по загрузке программного обеспечения «Мазстро»	111
Начало сеанса работы с программным обеспечением «Мазстро»	115
Установка масс-селективного детектора	118
Этап 1. Распаковка масс-селективного детектора	118
Этап 2. Состыковка масс-селективного детектора с хроматографом	118
Этап 3. Распаковка форвакуумного насоса и установка на него необходимой оснастки	122
Этап 4. Подключение вакуумного шланга к масс-селективному детектору и отвод выхлопных газов из форвакуумного насоса под тягу или в систему вытяжки	124
Этап 5. Подключение кабелей к задней стенке масс-селективного детектора	126
Подготовка капиллярной колонки	127
Подсоединение капиллярной колонки к испарителю для капиллярной колонки	129
Скорость потока газа-носителя (гелия) на этапе продувки колонки до подсоединения ее к масс-селективному детектору	132
Кондиционирование капиллярной колонки	133
Процедура кондиционирования капиллярной колонки	133
Подсоединение капиллярной колонки к масс-селективному детектору	134
Проверка герметичности системы	140
Запуск масс-селективного детектора в работу; выключение масс-селективного детектора	142
Включение масс-селективного детектора	142
Проверка состояния системы	143
Включение масс-селективного детектора и ожидание выхода его на рабочий режим	144
Выключение масс-селективного детектора	149
Техническое обслуживание масс-селективного детектора	151
Периодичность выполнения работ по техническому обслуживанию системы	151
Обслуживание вакуумной системы	153
Пополнение пробирки калибровочным раствором перфтортрибутиламина	155
Чистка источника ионов	156
Извлечение узла с источником ионов	156
Удаление источника ионов	159
Кодирование цветом и схема распайки проводов на разъеме, соединяющем с источником ионов ..	159
Чистка деталей источника ионов	164
Замена испорченной нити накала	167
Сборка источника ионов и установка его на место	172
Замена электронного умножителя	179
Процедура замены электронного умножителя	183
Завершение работ по техническому обслуживанию	190
Утилизация прибора	191
Дезинфекция	192
Упаковка	193

Маркировка.....	195
Транспортировка и хранение	198
Указания по поиску причин обнаруженных затруднений	199
Приложение А. Перечень документов, на которые даны ссылки в настоящем Руководстве	202
Приложение Б. Руководство по пользованию программного обеспечения «Маэстро»	205
1. Краткое пособие для быстрого освоения.....	205
1.1. Структура программного обеспечения	205
1.2. Подготовка к работе	206
1.3. Подготовка к реализации хроматографических разгонок и проведение серии анализов	207
1.4. Обработка данных: библиотечный поиск соответствия спектрограммам, зарегистрированным в режиме сканирования (Scan)	208
1.5. Получение результатов калибровки и построение калибровочного графика, требующихся для количественного анализа.....	209
1.6. Количественный анализ	210
1.7. Работа с масс-хроматограммами	211
2. Прикладная программа Маэстро-Оператор	212
2.1. Порядок действий при работе с программой	212
2.2. Создание и настройка метода, определяющего работу прибора (метода регистрации)...	214
2.2.1. Указание параметров для газового хроматографа в создаваемом методе.....	215
2.2.2. Режимы работы испарителя для капиллярной колонки.....	216
2.2.3. Параметры термостата ГХ	216
2.2.4. Параметры хроматографической колонки	218
2.2.5. Управление нагревом интерфейса (устройства сопряжения с масс-селективным детектором)	219
2.2.6. Передача заданных методом параметров газовому хроматографу	219
2.3. Настройка параметров, соответствующих работе масс-селективного детектора	220
2.3.1. Настройка на работу в режиме сканирования (Scan).....	220
2.3.2. Настройка на работу в режиме регистрации индивидуальных ионов (SIM)	221
2.4. Создание последовательности подлежащих решению задач и управление процессом выполнения анализов.....	224
2.4.1. Создание последовательности подлежащих решению задач	226
2.4.2. Управление выполнением последовательности подлежащих решению задач.....	227
2.5. Автоматическая настройка масс-селективного детектора.....	227
3. Прикладная программа Маэстро-Аналитик	229
3.1. Цикл действий при работе с прикладной программой.....	229
3.2. Рабочий набор данных.....	230
3.2.1. Редактирование рабочего набора данных.....	231
3.2.2. Выбранный (на данный момент) результат анализа (эксперимент)	231
3.2.3. Принцип работы с результатами анализа (эксперимента), выполняемой с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик	232
3.3. Два подхода к обработке данных: обработка вручную и автоматически	232
3.4. Страницы отображения данных эксперимента.....	233
3.4.1. Страница графического отображения данных	233

3.4.1.1. Работа с таблицей хроматограмм извлеченных ионов	235
3.4.1.2. Работа с таблицей извлеченных спектров	236
3.5. Редактирование метода, используемого при анализе.....	238
3.5.1. Разделы аналитического метода.....	239
3.6. Количественный анализ	242
3.6.1. Получение результатов калибровки для количественного анализа.....	242
3.6.2. Использование результатов калибровки.....	246

Авторское право зарегистрировано компанией Интерлаб

Запрещены ксерокопирование, заимствование или перевод текста без получения на то письменного разрешения (за исключением случаев, предусмотренных Законом об авторских правах).

Наименование изделия и сведения о производителе

Хроматограф газовый лабораторный «МАЭСТРО ГХ», ТУ 26.60.12-002-14267540-2019 (далее – «хроматограф», «газовый хроматограф», «МИ»)

Медицинское изделие для *in vitro* диагностики.

Хроматограф является лабораторным, одноканальным, с масс-селективным детектором, одноканальным, с управляющим вычислительным комплексом (УВК), с термостатом.

Разработчиком и изготовителем хроматографа является ООО "Интерлаб" (Юридический адрес: 125315, Москва, Ленинградский проспект, д. 76 корп. 2 кв. 91, почтовый адрес: 143441, Московская область, Красногорский район, д. Гаврилково, ЭЖК Эдем, квартал V, д. 12; телефон +7 (495) 788-0983; факс: +7 (495) 755-7761; сайт www.interlab.ru).

Информация о технике безопасности

Хроматограф оснащен масс-селективным детектором и устройством автоматического ввода на 16 жидких проб. Вся система сконструирована и испытана согласно действующим требованиям к степени безопасности (в режиме анализа образцов биологического материала *in vitro*) и предназначена для использования в закрытых помещениях. При эксплуатации не предусмотренным образом фирмой-изготовителем заложенные в конструкцию средства защиты могут работать менее эффективно. Всякий раз при проведении допустимого технического обслуживания, связанного с заменой расходных материалов, подключением комплектующих и т.д., отсоединяйте хроматограф и оснащающие его блоки от всех источников энергоснабжения и принимайте меры, гарантирующие невозможность случайного перевода прибора в рабочее состояние. К обслуживанию системы (выполнению ремонтных работ) допускается только специально обученный персонал. Замена деталей запасными частями другого типа или доработки, на которые не было дано полномочий, могут привести к возникновению повышенной опасности. Перед удалением крышек с прибора и блоков его оснастки отсоединяйте от сети кабели питания. Владелец прибора не должен пытаться заменить находящиеся внутри аккумуляторы и предохранители. Эти виды технического обслуживания должны выполняться только инженером компании Интерлаб.

Хроматограф соответствует требованиям к помехоустойчивости и электромагнитной эмиссии, установленным ГОСТ Р МЭК 61326-1 и ГОСТ Р МЭК 61326-2-6. Перед введением хроматографа в эксплуатацию рекомендуется оценить электромагнитную обстановку вблизи места эксплуатации и в случае отличия ее от типичной для эксплуатации предпринять соответствующие меры.

Символы и обозначения, предупреждающие об опасности, используемые в настоящем Руководстве

Во время выполнения всех работ, связанных с эксплуатацией, сервисным обслуживанием и ремонтом хроматографа, следите за приводимыми в документации предупреждениями и предостережениями. Отказ от соблюдения указанных мер предосторожности, а также нарушения правил эксплуатации, приводят к нарушению действия заложенных в конструкцию средств защиты и к отступлению от правил работы. Компания Интерлаб не несет в этом случае никакой ответственности.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЯ: предупреждения привлекают внимание к условиям и ситуациям, при которых владелец прибора может получить травму.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЯ: Предостережения привлекают внимание к условиям и ситуациям, при которых прибор может оказаться поврежденным или могут оказаться испорченными результаты работы.

	Этот символ указывает, что для получения более подробной информации, нужно обратиться к прилагаемым документам (инструкциям)
	Таким образом обозначаются горячие поверхности
	Этот символ указывает на наличие опасных напряжений
	Этот символ предупреждает о возможном наличии токсичных веществ. См. приведенный далее подраздел "Соблюдение правил техники безопасности"
	Этот символ предупреждает о возможном наличии биологически опасного материала. См. приведенный далее подраздел "Соблюдение правил техники безопасности"
	Символ, обращающий внимание на наличие опасности воспламенения. См. приведенный далее подраздел "Соблюдение правил техники безопасности"
	Обозначение клеммы заземления
	Символ, обращающий внимание на опасность колотых травм при обращении с устройством автоматического ввода на 16 жидких проб
	Символ, обращающий внимание на опасность травмирования при обращении с устройством автоматического ввода на 16 жидких проб

	Символ, информирующий о риске травмирования глаз
	Символ, информирующий о необходимости использования защитных перчаток при техническом обслуживании

Символы и обозначения, подлежащие учету при перевозке и хранении

Символ	Пояснения
	Хрупкое. Осторожно! Этот символ обращает внимание на то, что изделие является хрупким и требует осторожного обращения
	Бережь от влаги Этот символ обращает внимание на необходимость защиты от попадания влаги
	Верх

Используемые сокращения

Сокращение	Пояснения
ГХ	Газовый хроматограф
МИ	Медицинское изделие
МСД	Масс-селективный детектор
ПО	Программное обеспечение
ПК	Персональный компьютер

Меры предосторожности при обращении с хроматографом

Общие предупреждения

На многих узлах, расположенных внутри хроматографа, имеются опасные напряжения

Если хроматограф подсоединен к питающей электросети (даже при выключателе питания, установленном в выключающее положение), потенциально опасные напряжения присутствуют на:

- Проводах между кабелем питания хроматографа и сетевой розеткой; на самой сетевой розетке; на проводах между кабелем питания и выключателем питания;

Когда выключатель питания установлен во включающее состояние, потенциально опасные напряжения имеются (кроме того) на:

- Всех электронных платах прибора;
- На внутренних проводах и кабелях, подключенных к этим платам.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Все эти детали закрыты крышками. Когда крышки находятся на месте, очень сложно получить доступ к местам, находящимся под опасным напряжением. Тем не менее, если не дано специфичных указаний, никогда не удаляйте крышки, когда не выключены масс-селективный детектор, термостат хроматографа, нагрев испарителя для капиллярных колонок.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Если изоляция кабеля питания потрескалась или иным образом повреждена, кабель необходимо заменить. Свяжитесь с представительством компании Интерлаб.

Источники сильного электромагнитного излучения могут нарушить нормальное функционирование хроматографа

Не используйте хроматограф вблизи сильных источников электромагнитного излучения, например, неэкранированных преднамеренных источников радиочастотного излучения, во избежание нарушения нормального функционирования хроматографа.

Электростатические разряды способны повредить электронные платы

Печатные платы хроматографа могут быть повреждены электростатическими разрядами. Не касайтесь любых печатных плат.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Использование хроматографа при низкой относительной влажности воздуха, в том числе, вблизи от синтетических материалов, может привести к возникновению электростатических разрядов и ошибочным результатам измерений. При открывании крышки масс-селективного детектора и взаимодействиях с узлами и разъемами в рамках подключения и настройки масс-селективного детектора в непосредственной близости от печатной платы надевайте на запястье заземляющий ремешок, подсоединенный к металлическому корпусу хроматографа.

При проведении работ, связанных с техническим обслуживанием электронных узлов, следует соблюдать меры предосторожности для защиты от разрядов статического электричества. Такой разряд способен повредить чувствительные электронные схемы прибора. Наденьте на запястье заземляющий ремешок. Провод, ведущий от этого ремешка, должен быть подсоединен к металлическому корпусу хроматографа.

Многие узлы разогреты до опасно высоких температур

Многие узлы хроматографа работают при температурах, достаточно высоких для получения серьезных ожогов. К таким деталям относятся (приводимый перечень не является исчерпывающим):

- Испаритель для капиллярных колонок;
- Термостат;
- Интерфейс, соединяющий основной блок хроматографа с масс-селективным детектором;
- Гайки, с помощью которых колонка подсоединяется к испарителю для капиллярных колонок и к интерфейсу, соединяющему с масс-селективным детектором.

Необходимо каждый раз охлаждать эти узлы хроматографа перед тем, как приступать к работам по их обслуживанию. Охлаждение обеспечивается быстрее, если задать нагреваемой зоне комнатную температуру и, затем, выключить нагрев зоны уже после остывания ее до комнатной температуры. Если приходится производить работы по обслуживанию разогретых узлов, пользуйтесь гаечным ключом и работайте в перчатках. Всякий раз (когда это возможно), охлаждайте ту часть прибора, которую придется обслуживать, перед началом работ.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Находясь за задней стенкой прибора, соблюдайте осторожность. Во время циклов охлаждения термостата из основного блока хроматографа сбрасывается горячий воздух (который может привести к ожогам).

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ: Теплоизоляция вокруг испарителя для капиллярных колонок (находящаяся в изолирующем колпачке) сделана с использованием огнеупорных керамических волокон. Во избежание вдыхания частичек этих волокон, мы рекомендуем соблюдать следующие меры безопасности: проветривайте рабочее помещение; носите халат с длинными рукавами; носите перчатки, защитные очки; пользуйтесь одноразовыми респираторами (защитающими от пыли); выбрасывайте изоляционный материал после того, как поместили его в запечатываемый пластиковый мешок; после работ с огнеупорными керамическими волокнами, промывайте руки банным мылом и холодной водой.

Выключение основного блока хроматографа

Выключить основной блок хроматографа можно только после выключения масс-селективного детектора. Правила и порядок выключения описаны в разделе "Масс-селективный детектор".

Меры предосторожности при поднятии и переноске оборудования

Перед попыткой любого перемещения оборудования, оно должно быть выключено и от него должен быть отсоединен кабель питания.

Необходимо следить за тем, чтобы перед перемещением были отсоединены все подключенные кабели. Тщательно осмотрите подлежащий перемещению блок. Отсоедините от него все кабели и подключенные трубки. Отсоединять или подсоединять кабели можно только после того, как подлежащий перемещению блок был выключен и был отсоединен кабель его питания (см. первую строку данного подраздела).

Перед отсоединением подводящих газ трубок необходимо убедиться, что перекрыт канал, соединяющийся с источником газа (например, с баллоном, содержащим гелий).

Отсоединение форвакуумного насоса может производиться только после того, как масс-селективный детектор был выключен и в него был запущен воздух.

После перемещения любого блока необходимо восстановить все исходные подсоединения. Для облегчения этой задачи рекомендуется места соединений сфотографировать.

До попытки перемещения масс-селективного детектора, основного блока хроматографа или форвакуумного насоса убедитесь, что подлежащий перемещению блок (или форвакуумный насос) был охлажден до комнатной температуры.

Следует учитывать вес поднимаемого или подлежащего перемещению блока. Большой вес основного блока хроматографа или масс-селективного детектора требует, чтобы попытки переноски предпринимались группой, в состав которой входят не менее 2 людей.

Соблюдение правил техники безопасности

Работа с некоторыми реактивами и образцами (при эксплуатации анализатора, полученного от компании Интерлаб) может быть сопряжена с химической или биологической опасностями. Вам необходимо знать все потенциально опасные воздействия тех веществ, с которыми приходится работать. Не забывайте Международные требования к организации работ в лабораториях (требования GLP). Ознакомьтесь с принятыми в Вашей организации стандартными методиками работы.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ, при выполнении всех предусмотренных работ по замене расходных материалов и подключении комплектующих пользуйтесь индивидуальными средствами защиты: защитными перчатками (не содержащими талька), защитными очками; носите защитный халат.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Чтобы избежать попадания под воздействие токсичных веществ, которые могут попасть в атмосферу, все работы по предварительной подготовке образцов (включая этапы экстрагирования) должны выполняться под тягой (рекомендуется проводить такие работы в отдельно

выделенном помещении). Поскольку в хроматограф вводятся очень малые количества жидкой пробы (до 10 мкл), испаряемые в приборе при очень высокой температуре и проходящие через вакуумную камеру, а выходной шланг форвакуумного насоса подсоединен к системе вытяжки или заведен под тягу, при эксплуатации анализатора не существует опасности попадания под воздействие токсичных веществ. Установка хроматографа производится инженером компании Интерлаб. Владелец прибора должен следить за тем, чтобы вытяжная система (тяга) при эксплуатации прибора была включена, и чтобы отвод выхлопных газов из форвакуумного насоса обеспечивался так, как это было организовано при установке анализатора. Если испаритель для капиллярных колонок работает в режиме деления потока, выходной канал хроматографа оснащается специальной химической ловушкой. При проведении работ по техническому обслуживанию хроматографа, эта ловушка подлежит уничтожению.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ запрещено пользование виалами (их крышками и прокладками) многократно. Уничтожайте использованные виалы, их крышки, прокладки согласно действующим в лаборатории правилам. Кроме того, немедленному уничтожению подлежат замененные септы; замененные внутренние и внешние ловушки и изъятые из эксплуатации вставки в испаритель для капиллярных колонок (см. приведенную выше таблицу).



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Чтобы избежать попадания под воздействие биологически опасных веществ, которые могут попасть в атмосферу и привести к загрязнению окружающей среды, все работы по предварительной подготовке жидких проб (включая этапы экстрагирования) должны выполняться под тягой (рекомендуется проводить такие работы в отдельно выделенном помещении). Поскольку в газовый хроматограф вводятся очень малые количества жидких проб (до 10 мкл), испаряемые в приборе при очень высокой температуре и проходящие через вакуумную камеру, а выходной шланг форвакуумного насоса подсоединен к системе вытяжки или заведен под тягу, при эксплуатации анализатора опасности попадания под воздействие биологически опасных веществ не существует. Установка хроматографа производится инженером компании Интерлаб. Владелец прибора должен следить за тем, чтобы вытяжная система (тяга) при эксплуатации анализатора была включена и чтобы отвод выхлопных газов из форвакуумного насоса обеспечивался так, как это было организовано при установке прибора. Если испаритель для капиллярных колонок работает в режиме деления потока, выходной канал газового хроматографа оснащается специальной химической ловушкой. См. соответствующий раздел данного документа. При проведении работ по техническому обслуживанию газового хроматографа, эта ловушка подлежит уничтожению.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание воспламенения паров растворителей все работы по предварительной подготовке жидких проб (включая этапы экстрагирования) должны выполняться под тягой (рекомендуется проводить такие работы в отдельно выделенном помещении). Согласно существующим правилам безопасной работы, в помещении не должно

быть источников открытого огня.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание получения ожогов перед началом работ по техническому обслуживанию нагреваемых узлов (испаритель для капиллярных колонок; узлов анализатора масс-селективного детектора [включая интерфейс, соединяющий газовый хроматограф с масс-селективным детектором]) дождитесь охлаждения этих зон прибора.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание получения ожогов не касайтесь работающего форвакуумного насоса.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание поражения электрическим током используйте только кабели питания, поставляемые в составе хроматографа. Эти кабели должны подключаться к сетевым розеткам европейского типа (оснащенным заземляющим контактом). Следите за исправностью кабелей питания. При обнаружении признаков неисправности закажите новый кабель питания у компании Интерлаб.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание поражения электрическим током не пытайтесь получить доступ за предохраняющие (защитные) крышки блоков прибора. Выполняйте только те указания, которые описаны в приведенных в этом документе разделах, посвященных техническому обслуживанию.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание травмирующих уколов с осторожностью обращайтесь со шприцами, с устройством автоматического ввода на 16 жидких проб, с кварцевыми капиллярными колонками.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Чтобы избежать попадания под движущиеся части устройства автоматического ввода на 16 жидких проб, во время работы этого устройства держитесь на безопасном расстоянии.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Информирование о риске травмирования глаз. Во время нахождения в аналитической лаборатории носите защитные очки.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во время выполнения работ по техническому обслуживанию прибора работайте в химически стойких перчатках, не содержащих талька.

Гарантийные обязательства

Гарантийные обязательства по предоставляемой документации

Компания Интерлаб сохраняет за собой право изменять информацию, приведенную в данном документе (при последующих переизданиях) без предварительного уведомления. Кроме того, в максимальной степени (дозволенной действующим законом), компания Интерлаб не несет никаких гарантийных обязательств по излагаемому материалу, включая гарантийные обязательства по пригодности к перепродаже и по пригодности для конкретных целей (отказ от гарантийных обязательств не ограничивается теми, которые названы выше).

Компания «Интерлаб» несет ответственность за предоставление потребителю информации об электромагнитной совместимости хроматографа. При этом потребитель несет ответственность за поддержание соответствующей электромагнитной обстановки, обеспечивающей совместимость, при которой хроматограф должен функционировать в соответствии с назначением.

Если же компания Интерлаб и покупатель заключили специальное письменное соглашение о гарантийных обязательствах, касающихся данного документа (и если эти обязательства противоречат сделанным выше оговоркам), действующими становятся формулировки такого подписанного соглашения.

Общая формулировка гарантийных обязательств

Компания Интерлаб гарантирует отсутствие дефектов в изделиях и материалах в течение 12 месяцев с момента установки прибора (изделия). Компания отремонтирует или заменит прибор (изделие), если во время гарантийного периода такие дефекты обнаружались. Замена частей и работы бесплатны (при условии возврата прибора компании Интерлаб). Для уточнения срока действия гарантийных обязательств, см. исходные (составленные при покупке) документы.

Настройка, ремонт или замена частей не производятся по гарантийным обязательствам, если повреждение изделия обусловлено любым из следующих обстоятельств:

- Случайными причинами, небрежной эксплуатацией, неправильным обращением, подключением к несоответствующей питающей электросети, нарушением правил перевозки, проведением доработок, актами вандализма, пожаром, погодными условиями или другими непредвиденными ситуациями
- Нарушением правил обычной эксплуатации
- Попыткой проведения ремонта или технического обслуживания не инженерами компании Интерлаб без предварительного получения на то полномочий от этой компании
- Неправильным техническим обслуживанием, выполнявшимся не инженерами компании Интерлаб

Гарантийной замене не подлежат расходные материалы и следующие части, подверженные износу или порче из-за истечения срока службы: уплотнители,

хроматографические колонки, химические ловушки, шприцы, прокладки (септы), стеклянные изделия (включая виалы), соединители, пористые фильтры, батарейки, аккумуляторы, предохранители.

Гарантийный срок эксплуатации: 12 месяцев со дня ввода в эксплуатацию.

Срок службы: не менее 5 лет при средней интенсивности эксплуатации 8 часов в сутки.

Срок хранения: 1 год.

Для тех частей изделия, которые были отремонтированы или заменены согласно гарантийным обязательствам, действующей оказывается еще не истекшая часть исходного периода гарантийного обслуживания.

Компания Интерлаб может потребовать возврата оборудования в технический центр компании, уполномоченный проводить техническое обслуживание. Доставку заведомо оплачивает сам владелец оборудования.

Перед подачей заявки на сервисное обслуживание, владельцу прибора может понадобиться выполнить диагностические проверки, указанные компанией Интерлаб. Если необходимость в сервисном обслуживании возникла из-за допущенного при эксплуатации загрязнения; из-за отказа каких-то устройств, выпущенных не компанией Интерлаб; из-за пользования не достаточно чистыми (плохими) газами или непригодными (плохо подготовленными) образцами; если объем производимых фирмой работ оказался увеличенным из-за оговоренных выше причин, компания Интерлаб выставит владельцу оборудования счет за затраты времени и материалов на выполнение таких (дополнительных) услуг.

Компания Интерлаб не берется ремонтировать или заменять любое оборудование, возвращаемое ей без получения предварительного номера согласия на возврат, заведомо предоставленного самой компанией Интерлаб.

Компания Интерлаб отвечает лишь за ремонт или замену оборудования, оказавшегося неисправным. Компания не принимает претензий по последственным или случайным ущербам, по трудозатратам, по перевозке, установке, настройке или прочим расходам, связанным с эксплуатацией поставленного оборудования.

Эти гарантийные обязательства применимы к изделиям компании Интерлаб, приобретенным непосредственно у нее. Приборы и изделия, полученные через других поставщиков, могут попадать под действие иных обязательств и условий. Пожалуйста, уточните формулировку гарантийных обязательств у такого поставщика.

Любые вопросы по гарантийным обязательствам и их уместности могут быть заданы отделу компании Интерлаб, занимающемуся техническим обслуживанием по телефону +7 495 788 09 83 или по факсу + 7 495 755 77 61. Кроме того, за дополнительной информацией можно обращаться в местные представительства компании Интерлаб в Екатеринбурге (телефон + 7 343 57 33; факс + 7 343 379 57 34; электронная почта ural@interlab.ru), в Новосибирске (телефон + 7 343 330 56 91; факс + 7 383 330 56 03; электронная почта nsk@interlab.ru), в Санкт-Петербурге (телефон + 7 812 643 14 23; электронная почта spb@interlab.ru)

Назначение и состав хроматографа

Хроматограф предназначен для качественного и количественного определения лекарственных, наркотических и психотропных препаратов в биологических жидкостях и тканях человека с целью проведения медицинских исследований.

Область применения – клиническая лабораторная диагностика.

Показания: предназначен для качественного и количественного определения лекарственных, наркотических и психотропных препаратов в биологических жидкостях и тканях человека с целью проведения медицинских исследований.

Противопоказания: не выявлено.

Побочные явления: не выявлено.

Профессиональный уровень потенциальных пользователей: врач клинической лабораторной диагностики, сотрудник клинико-диагностической лаборатории, прошедший обучение у авторизованного представителя производителя.

Требования к персоналу

К эксплуатации хроматографа допускаются лица, знающие основы газовой хроматографии, и прошедшие соответствующее обучение специалистами компании Интерлаб. Первичный ввод в эксплуатацию осуществляют квалифицированные специалисты компании Интерлаб. Работающий персонал должен быть оснащен средствами индивидуальной защиты (перчатками, защитными халатом и очками).

Профессиональный уровень лиц, пользующихся хроматографом: врач клинической лабораторной диагностики, сотрудник клинико-диагностической лаборатории, прошедший обучение у авторизованного представителя производителя.

Комплектность

В состав хроматографа входят комплектующие в соответствии с таблицей 1. Таблица 1.

Таблица 1 – Комплект поставки хроматографа

Наименование	Производитель	Обозначение (Модель)	Кол-во, шт.
Основной блок газового хроматографа «МАЭСТРО ГХ»	Фирма «Интерлаб», РФ	M2	1
Капиллярная колонка HP-5MS 30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм	Фирма «Agilent Technologies», США	R-13423	1
Устройство автоматического ввода на 16 жидких проб	Фирма «Интерлаб», РФ	M2-AI	1
Шприц для газовой хроматографии 10 мкл	Фирма «Agilent Technologies», США	-	1
Масс-селективный детектор	Фирма «Интерлаб», РФ/Фирма «Q-TEK d.o.o.», Черногория	M2-MSD	1
Форвакуумный насос производительностью 4 м ³ /ч	Zhejiang value mechanical&electric al products co., ltd. Китай	VRD-4	1
Программное обеспечение (ПО) «Маэстро» на электронном носителе (CD)	Фирма «Интерлаб», РФ/ Фирма «Q-TEK d.o.o.», Черногория	«Маэстро». Версия 1.0	1
Электронный ключ для ПО МАЭСТРО	Фирма «Интерлаб», РФ	M1.XK.001	1
A90 220В Кабель питания	Фирма «Panna instruments», Китай	ECM7.240.001	1

Наименование	Производитель	Обозначение (Модель)	Кол-во, шт.
Руководство по эксплуатации	Фирма «Интерлаб», РФ	РЭ 26.51.53-002- 14267540-2019	1
Паспорт	Фирма «Интерлаб», РФ	ПС 26.51.53-002- 14267540-2019	1
Пуско-наладочный комплект			1
Набор расходных материалов			от 1 до 10 (при необходим ости)

В состав масс-селективного детектора, кроме самого блока детектора, входят комплектующие для установки в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Комплектующие для установки масс-селективного детектора

Наименование	Обозначение (Модель)	Количество (шт.)
Трубка для установки колонки в МСД	M1.T0.400	1
Электронный умножитель детектора	SD.D2.800	1
Уплотнитель кольцевой	FS.GA.935	1
Кабель интерфейса Ethernet	EC.C0.001	1
Кабель синхронизации	EC.C0.002	1
Кабель питания	EC.C0.005	1
Вакуумный шланг	M1.X0.100	1
Уплотнительное кольцо	VE.FA.016	1
Зажим уплотнительного кольца	VE.FB.010	1
Феррула веспел/графит	GR.27064	8
Гайка крепления колонки	GR.20643	1

В состав пуско-наладочного комплекта входят комплектующие в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 – Состав пуско-наладочного комплекта

Наименование	Производитель	Обозначение (Модель)	Ко-во, шт.
1/8 переходник, 3 входа	Фирма «Panna instruments», Китай	ECM7.266.001	6

Наименование	Производитель	Обозначение (Модель)	Ко-во, шт.
1/8 переходник, 4 входа	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.272.001	2
Септа 11 мм (400 °С)	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.112.003	5
Шприц для ручного ввода 10 мкл	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.125.003	1
Переходник на редуктор	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ8.163.001	4
ø3×ø1,8 медная трубка (15 метров)	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ5.120.001	1
Феррула 1/16 0,5 мм (450°С)	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.116.002	5
Феррула 1/16 0,8 мм (450°С)	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.116.003	5
1/8" гайки и феррулы	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.050.003	10
	Фирма «Panna instruments», Китай		
Виала 2 мл (прозрачная)	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.122.001	5
Крышка для виалы	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.123.004	5
Пенно-мыльный измеритель потока (100 мл)	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.011.001	1
Подвеска для колонки	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ8.004.001	2
T10×80 мм отвертка	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.001.001	1
T20×120 мм отвертка	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.001.002	1
1/4"×100 мм ключ для разборки испарителя для капиллярных колонок с делением потока	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.000.001	1

Наименование	Производитель	Обозначение (Модель)	Ко-во, шт.
1/4× 5/16" гаечный ключ	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.002.002	1
3/8×7/16" гаечный ключ	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.002.003	1
1/2× 9/16" гаечный ключ	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.002.001	1
175 мм пинцет	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.005.001	1
Керамический резак	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.004.001	1
Торцевой ключ	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ8.230.001	1
1/8"-5/8" резак для трубок	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.003.001	1
Вставка в испаритель для капиллярных колонок с делением потока	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.110.003	2
Уплотнительное кольцо 1/4"	Фирма «Panna instruments», Китай	ЕСМ7.111.016	2

Таблица 4 – Изделия, входящие в набор расходных материалов

Набор расходных материалов:		
Септа 11 мм (400 °С)	ЕСМ7.112.003	50
Уплотнительное кольцо 1/4"	ЕСМ7.111.016	10
Шприц для ручного ввода 10 мкл	ЕСМ7.125.003	2
Вставка в испаритель, с делением потока	ЕСМ7.110.003	2
Феррула 1/16 0,5 мм (450 °С)	ЕСМ7.116.002	10
Феррула 1/16 0,8 мм (450 °С)	ЕСМ7.116.003	10
Гайка для колонки	ЕСМ8.081.001	2
Уплотнитель кольцевой	ЕСМ8.190.001	1
Кольцевая прокладка	ЕСМ7.210.002	1

Основные характеристики

Основные характеристики Хроматографа перечислены в таблице 5.

Таблица 5

Изделие	Характеристика	Значение
Хроматограф в сборе	Напряжение тока питания	(220 ± 22) В
	Частота тока питания	$(50 \pm 0,5)$ Гц
	Максимальная температура нагрева наружных частей	60°C
	Максимальный уровень звуковой мощности	65 дБА
	Степень защиты	IPX0
Основной блок газового хроматографа «МАЭСТРО ГХ»	Ширина	585 мм $\pm$ 5 мм
	Высота	495 мм $\pm$ 5 мм
	Глубина	520 мм $\pm$ 5 мм
	Масса	44 кг $\pm$ 1 кг
	Потребляемая мощность	не более 2950 В·А
	Диапазон рабочих температур термостата колонок	от Т до 450 °С, где Т – температура на 8 °С выше температуры места установки (комнатной температуры), $\pm 2^\circ\text{C}$
	Диапазон скорости нагрева термостата колонок	от 1 до 120 °С/мин $\pm 3\%$ (от 0 до 60°С/мин)
	Производительность	не менее 1 пробы в час
Устройство автоматического ввода на 16 жидких проб	Ширина	124 мм $\pm$ 5 мм
	Высота	460 мм $\pm$ 5 мм
	Глубина	105 мм $\pm$ 5 мм
	Масса	3,2 кг $\pm$ 0,2 кг
	Максимальное количество стандартных виал на 2 мл в карусели устройства автоматического ввода	16 шт
Масс-селективный	Ширина	423 мм $\pm$ 5 мм
	Высота	419 мм $\pm$ 5 мм

Изделие	Характеристика	Значение
детектор	Глубина	578 мм ± 5 мм
	Масса	34,2 кг ± 1,0 кг
	Потребляемая мощность	не более 600 В·А
	Температура интерфейса	250°C ± 5,0 °C
	Температура источника ионов	230°C ± 5,0 °C
	Создаваемая степень разряджения в камере анализатора	не хуже 0,00001 ($1 \cdot 10^{-5}$) мм рт.ст.
	Максимальное время выхода на рабочий режим	Не более 4 ч
	Соотношение сигнал/шум	Не менее 150:1
	Относительное СКО выходного сигнала хроматографа по времени удерживания (предел допускаемого значения) при программировании температуры и автоматическом дозировании по контрольной смеси ГСО 9106-2008	не более 0,08 %.
	Относительное СКО выходного сигнала хроматографа по площадям пиков (предел допускаемого значения) при программировании температуры и автоматическом дозировании по контрольной смеси ГСО 9106-2008	не более 4 %
Программное обеспечение (ПО)	Изменение выходного сигнала Хроматографа (предел допускаемого значения площадей пиков) за цикл измерений 8 ч непрерывной работы (нормируемое время) по контрольной смеси ГСО 9106-2008	не более 5 %.
	Регулируемые значения скорости сканирования	250, 500, 1000, 2000, 4000, 10000, 20000 а.е.м./с
	Диапазон массовых чисел	от 1 до 1200 а.е.м.
	Версия	Версия 1.000.0 и выше
	Класс безопасности	Класс А

Изделие	Характеристика	Значение
«Маэстро» на электронном носителе (CD)	Способ установки	Электронный носитель (CD)
	Размер	не более 500 Мбайт
	Время отклика системы при полной нагрузке	не более 5 с
	Совместимая операционная система	Windows 7 SP1, Windows 8.1, Windows 10 macOS 10.14 Mojave и более новые версии Linux Ubuntu Desktop 18.04 LTS и более новые версии
	Требуемая производительность процессора	не хуже, чем у Intel Pentium IV 2 ГГц и аналогичных
	Минимальный требуемый объем оперативной памяти	4 Гбайт
	Минимальное требуемое свободное место на диске	20 Гбайт
	Требуемый оптический привод	CD-R
	Минимальный набор требуемых интерфейсов	о Порт USB 2.0 тип А в количестве 2 шт.; о Порт USB 3.0 тип А в количестве 2 шт.; о LAN 100 Мбит/с с RJ-45 в количестве 1 шт.
Программное обеспечение на масс-селективном детекторе	Требуемое разрешение монитора	не хуже 1280×720 пикселей
	Версия	Версия прошивки 0.9.0 и выше
	Время отклика	не более 10 с
	Версия	Версия А.02.02 и выше
Программное обеспечение на основном блоке хроматографа «ГХ МАЭСТРО-2»	Версия	Версия А.02.02 и выше
	Время отклика	не более 10 с

Функциональные возможности хроматографа

- введение пробы образца с программируемым испарением в газохроматографическую колонку;
- хроматографическая разгонка с последующим разделением сложных смесей веществ (газы или пары) анализируемой пробы;
- выделение чистых компонентов или узких фракций методом газовой хроматографии;
- получение информации о качественном и количественном составе разделённых хроматографом смесей веществ (отдельных компонентов, обнаруженных детектором).

Образцы вещества или смеси веществ (пробы) вводятся в хроматограф устройством автоматического ввода на 16 жидких проб.

В хроматографе обеспечивается перераспределение потоков газов в ходе обслуживания введения образца с делением потока.

Хроматограф должен быть оснащен программным обеспечением (ПО) «Мазетро» на электронном носителе (CD) (далее – ПО «Мазетро»).

В состав ПО входят специальные части программно-математического обеспечения (СМПО), способствующие формированию методики измерений и соответствию требованиям ГОСТ Р МЭК 62304.

Для работы хроматографа необходимо наличие персонального компьютера (далее – ПК) для установки на него ПО «МАЭСТРО». ПО «Мазетро» обеспечивает работу всех компонентов хроматографической системы.

Управляющий вычислительный комплекс (УВК) хроматографа, получаемый при загрузке ПО «Мазетро» в ПК, должен обеспечивать:

- формирование, обработку, регистрацию и хранение сигналов аналитической информации (сигналов хроматографа);
- отображение сигналов аналитической информации (сигналов хроматографа);
- программирование температуры термостата газохроматографических колонок и изменения скорости потока или давления на входе в колонку (по заказу пользователя);
- возможность для пользователя создавать специальные методики, включающие периодическую градуировку и контроль точности выполняемых измерений;
- возможность дальнейшей работы с получаемой информацией (преобразование, масштабирование, вычислительная обработка, отображение, выдача для последующей дистанционной передачи).

Требования к помещению, в котором размещается хроматограф

Температура окружающего воздуха: от 15 до 27 °С;

Атмосферное давление: от 84,0 до 107 кПа;

Относительная влажность: от 30% до 80%.

В помещении не должно быть сквозняков. Помещение необходимо проветривать и следить за отсутствием избыточного количества пыли. Хроматограф должен быть защищен от попадания на него прямого солнечного света.

Площадь помещения: не менее 10 м².

Помещение должно быть оснащено 3-контактными сетевыми розетками европейского типа (с заземляющим контактом) для гарантии надёжной работы Хроматографа и максимального соотношения сигнал/шум.

Заземлять многожильным кабелем с минимальным сечением 6 мм², обжатым в наконечник под соответствующее сечение провода для монтажа на шпильку 6 мм. Затягивать набором гайка + шайба из нержавеющей стали или с оцинкованным (анодированным) покрытием, НЕ применять крепёж без гальванического покрытия. ВАЖНО, заземление через шпильку опционально, если защитное заземление не присутствует в розетке, в которую включается прибор.

Электропитание осуществляется переменным напряжением от (220 ± 22) В с частотой (50 ± 0,5) Гц.

Общие указания по эксплуатации

Хроматограф должен использоваться только по прямому назначению.

Эксплуатация изделия должна осуществляться в соответствии с указаниями, изложенными в данном руководстве по эксплуатации.

При работе с газами необходимо руководствоваться ПНД Ф 12.13.1-03 и Приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 года N 116.

После транспортирования в условиях отрицательных температур хроматограф в транспортной таре должен быть выдержан при нормальных климатических условиях не менее 12 часов.

К моменту начала установки место установки хроматографа должно полностью соответствовать требованиям производителя, газовые и электрические коммуникации должны быть подготовлены заблаговременно и подведены непосредственно к месту установки.

Установку устройства на рабочую поверхность должны выполнять как минимум 2 (два) человека. Для перемещения устройства каждый встает у одной стороны прибора и подхватывает его около установочных ножек. На задней стенке устройства, над разъемом для подключения электропитания, расположена маркировка с указанием рабочего напряжения (220В). Убедитесь, что значение рабочего напряжения соответствует вольтажу электрической сети лаборатории.

Общие указания по техническому обслуживанию

Хроматограф должен обслуживаться авторизованным техническим персоналом все время гарантийного периода, или после окончания гарантийного периода, согласно сервисному Контракту, который подписывается дополнительно между пользователем и сервисной службой производителя.

Поддержка и сопровождение осуществляется предприятием-изготовителем.

Обновление ПО предоставляется предприятием-изготовителем на электронном носителе по мере выхода последней версии продукта и устанавливается в соответствии с эксплуатационной документацией.

Управляющие таблицы

Работой хроматографа управляет очень длинный перечень заданных параметров (температуры, моменты времени, выбираемые сигналы и т.д.). Эти параметры распределены по управляющим таблицам, входящим в ПО «МАЭСТРО ГХ-2». Такие таблицы дают возможность изменять режимы и настройки хроматографа вручную, но не помогают следить за состоянием масс-селективного детектора. Поэтому пользование управляющими таблицами в этом документе рассмотрено лишь кратко. Это же программное обеспечение управляет работой и основного блока хроматографа, и устройства автоматического ввода на 16 жидких проб.

Поскольку ряд необходимых параметров можно быстро задать с помощью управляющих таблиц, показываемых на цифровом индикаторе хроматографа (т.е. вручную), здесь кратко поясняется лишь принцип работы с такими таблицами. Приводятся несколько примеров.

Каждая управляющая таблица объединяет ряд родственных параметров.

Например, просмотрите типичную управляющую таблицу с параметрами для термостата на рис. 1.

ТЕРМОСТАТ			Заголовок управляющей таблицы
Темп	24	50	Заданные параметры, которые сразу же показываются цифровым индикатором
Нач время	5.00		
Нагрев 1	10	<	Заданные параметры, для получения возможности просмотра которых нужно предпринять конкретные действия
Конеч темп 1	150		
Конеч время 1	5		
Нагрев 1 (Выкл)	0.00		

Рисунок 1 – Пример управляющей таблицы на цифровом индикаторе на основном блоке хроматографа, относящейся к настройке термостата

Правила пользования управляющими таблицами

Просмотру записей и значений параметров способствует выбор соответствующей строки (нажатием клавиш со стрелками: ▼ или ▲). При подтверждении выбора нажатием клавиши Ввод появляется возможность изменения указанного в строке параметра. Если значение параметра изменили (с помощью клавишного пульта), чтобы система приняла указанное значение необходимо еще раз нажать клавишу Ввод.

Вызов интересующей управляющей таблицы обеспечивается нажатием клавиш, показанных на рис. 2.

Далее приводится пояснение той управляющей таблицы, которая показана на рис. 1:

Словом "ТЕРМОСТАТ" представлен заголовок таблицы. Под ним указаны запрошенные и установленные значения параметров.

Сокращение "Темп" соответствует параметру «температура термостата». В этой строке имеются два значения: первое из них показывает фактическую температуру термостата; второе - заданную температуру. Заданная температура дополнительно помечена символом "<" (такой способ пометки используется для указания всех

заданных значений).

Можно программировать несколько сегментов изменения температуры. Границы сегмента определяются заданными значениями времени. На рис. Рисунок 1, начало первого сегмента определено словами "Нач время" (исходное время). Согласно такому указанию, разогрев термостата (с заданной скоростью) начнется через 1 минуту с момента начала хроматографической разгонки. Параметр "Нагрев 1" соответствует скорости разогрева с линейным изменением температуры (скорости 25 °С/мин). Параметром "Конеч темп" указан верхний (конечный) уровень нагрева (в данном случае, 200 °С [для сегмента 1]).

Заголовок управляющей таблицы

Каждая таблица помечена заголовком. Строка заголовка остается неподвижной, когда остальные строки таблицы смещаются (для просмотра) вверх или вниз.

Параметры, показываемые цифровым индикатором

Этим индикатором могут показываться лишь 5 строк. Одна строка уходит под заголовок таблицы, из-за чего под параметры отводятся лишь оставшиеся 4 строки. Для просмотра других (не уместившихся) строк таблицы, нужно предпринять конкретные действия. Нижние строки могут быть смещены в просматриваемое окно (просматриваемое поле), когда это потребуется.

Фактическая оснастка прибора

На цифровой индикатор газового хроматографа выводится только те управляющие таблицы, которые соответствуют имеющейся аппаратурой оснастке. Никаким образом Вы не сможете просмотреть управляющие таблицы для отсутствующих испарителей для капиллярной колонки, головок детектора или какого-то другого устройства.

В управляющих таблицах, соответствующих многим функциям (например, в таблице с указаниями состояния или конфигурации (т.е. имеющейся оснастки), присутствуют данные только об установленных узлах. Поэтому приводимые в этом документе примеры показаний цифрового индикатора могут отличаться от показаний цифрового индикатора Вашего прибора.

Пользование управляющими таблицами

Для указания нужного режима работы прибора, Вы (обычно) выполняете следующее:

- 1) Нажимаете клавишу для вызова управляющей таблицы. Таблица распознается по первой имеющейся в ней строке.
- 2) Просматриваете указанные в таблице значения (если таблица оказывается длинной, можно запросить показ строк, расположенных выше или ниже).
- 3) Редактируете записанные в таблицу значения.
- 4) Повторяете этот процесс применительно к другим таблицам (до тех пор, пока не получите нужный результат).
- 5) Даете прибору команду проанализировать образец.

Преимуществом табличной записи является то, что таблицей оговаривается группа родственных параметров. Вы можете просмотреть значения параметров и изменить их (для изменения каждого значения требуется лишь последовательное нажатие некоторых клавиш).

Например, нажимают клавишу «Прдн Испар» (передний испаритель для капиллярной колонки).

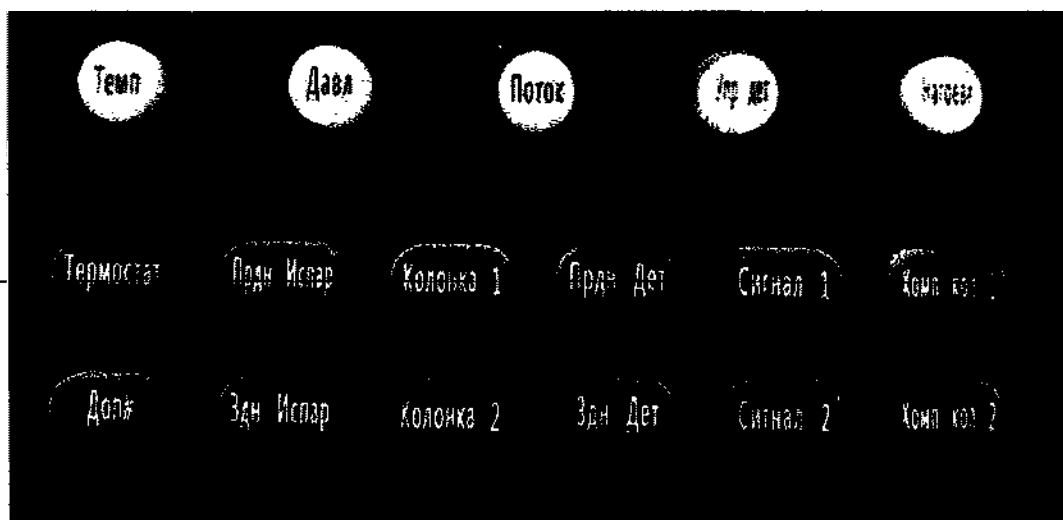


Рисунок 2 – Внешний вид блока кнопок для настройки параметров хроматографа

ПРИМЕЧАНИЕ – Хроматограф оснащен только масс-селективным детектором. Однако, поскольку конструкцией и программно-аппаратным обеспечением основного блока хроматографа ПО «МАЭСТРО ГХ-2» предусмотрено пользование широким спектром оснастки (в частности, возможно оснащение двумя испарителями для капиллярных [и другого типа] колонок [испарителями, работающих в разных режимах]; двумя встроенными в хроматограф детекторами [не масс-селективным] и т.д.), на клавишном пульте имеется целый ряд клавиш, хроматографом не используемых. Подобным же образом, в информации, показываемой встроенным в хроматограф цифровым индикатором, имеются "лишние" строки, не имеющие отношения к работе с данным хроматографом. Таким образом, в данном документе дается описание только тех клавиш и тех функций управляющих таблиц, которые соответствуют работе с данным хроматографом.

Как и в случае всех других приборов (выпускаемых множеством фирм), приходится пользоваться сокращенными названиями клавиш (даже если можно было бы уместить полную надпись), это не улучшило бы ситуацию: длинные тексты утомляют и на панели прибора не читаются ("рябит в глазах"). Поэтому мы приводим далее текст, поясняющий только назначение используемых клавиш (показанных на рис. 2):

- Темп - температура
- Давл - давление
- Нагрев # - скорость изменения температуры термостата для данного сегмента программы
- Прдн испар - передний испаритель для капиллярной колонки
- Доп # - дополнительная зона

Выполнением операции, указанной непосредственно перед рисунком (см. предыдущую страницу), на цифровой индикатор выводится таблица, содержащая параметры для того испарителя, который расположен ближе к передней панели хроматографа.

Режим: с разделением			Верхняя часть таблицы. Пользуясь клавишами со стрелками можно получить возможность ее просмотра
Темп	250	250	
Давл	10.0	10.0	
ПЕРЕДНИЙ ИСПАРИТЕЛЬ			Строка заголовка при этом не двигается
Деление потока	100		Эти три строки показываются цифровым индикатором сразу же
Поток на сброс	76.6		
Суммарный п	80.4	80.4	
Экономия газа	Вкл		Нижняя часть таблицы. Пользуясь клавишами со стрелками можно получить возможность ее просмотра
Экономичный пото	20.0		
Время эконом р	2.0		

Рисунок 3 – Пример управляющей таблицы на цифровом индикаторе на основном блоке хроматографа, относящейся к настройке испарителя

Пояснение показанных надписей:

- Режим: с разделением - введение образца с делением потока
- Темп - температура
- Давл - давление
- ПЕРЕДНИЙ ИСПАРИТЕЛЬ - передний испаритель для капиллярных колонок
- Деление потока - коэффициент деления потока
- Поток на сброс - скорость потока через отводящий канал
- Суммарный п - суммарная скорость потока

- Экономия газа - система экономии газа
- Экономичный поток - скорость потока, устанавливаемая системой экономии газа
- Время эконом р - время перехода к пользованию системой экономии газа (с момента начала разгонки)

ПРИМЕЧАНИЕ: Система экономии газа (экономия газа) прекращает подачу газа из внешнего источника по прошествии 1 минуты после нагнетания заданного потока газа в капиллярную колонку.

Для смещения указателя (<) к той строке, которую хотите изменить, воспользуйтесь клавишами со стрелками (▼ или ▲). Затем, запишите новое значение и нажмите клавишу Ввод. Выполняйте такие операции многократно (до тех пор, пока во все строки таблицы не окажутся записанными нужные значения).

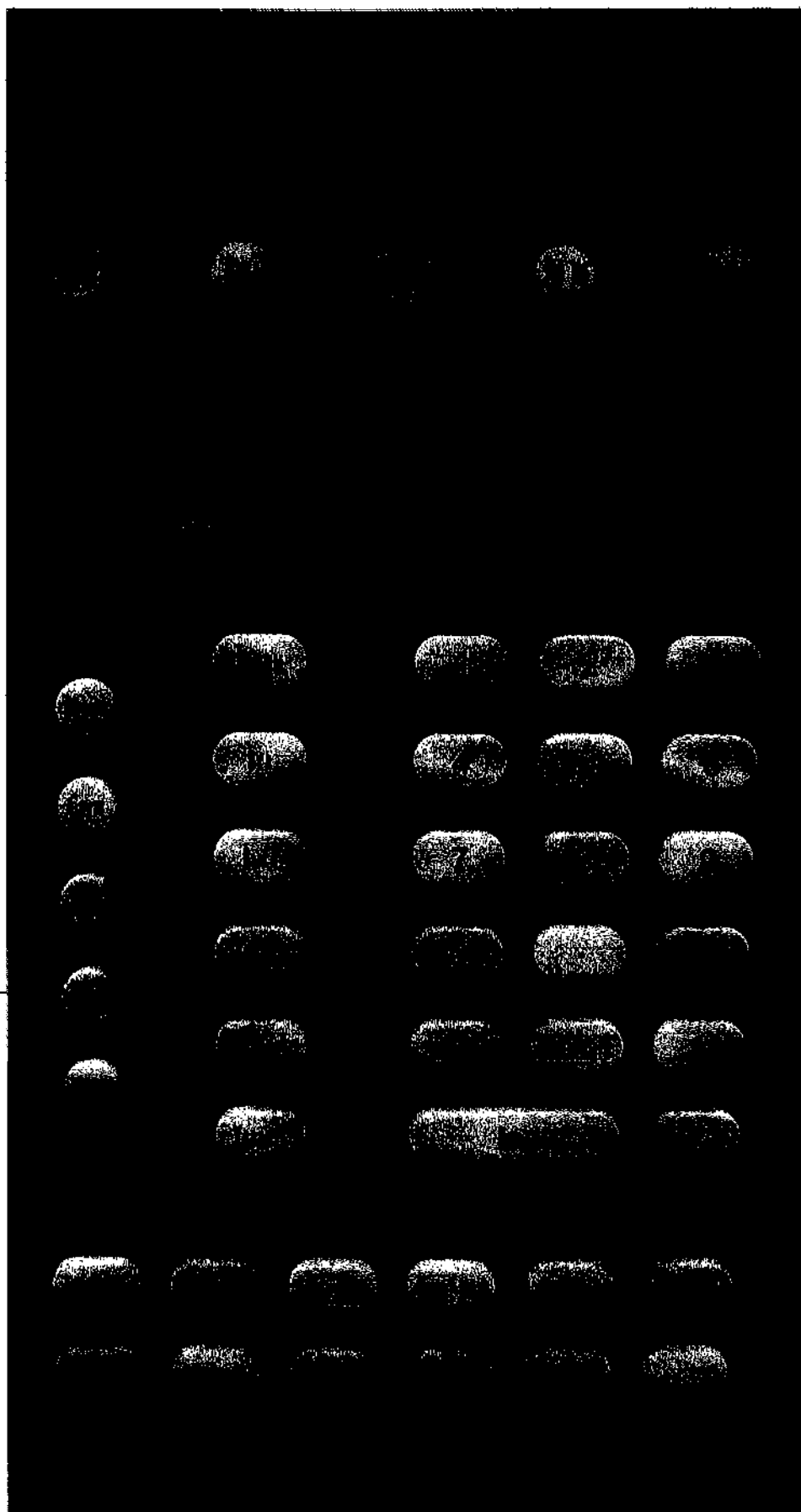


Рисунок 4 – Внешний вид клавиш управления на основном блоке хроматографа

Эти же клавиши со стрелками (▼ или ▲) дают доступ к строкам, не уместившимся на цифровом индикаторе.

Вид таблицы изменяется от выбранного Вами режима и от оснастки прибора. Может оказаться, что показываемые вашим хроматографом таблицы отличаются от выше приведенных.

Ряд специфических особенностей прибора

Хроматограф может контролировать все потоки газов (через испаритель для капиллярной колонки, через колонку) согласно указаниям, вводимым с клавишного пульта. Такая возможность обеспечивается за счет электронного регулирования потоков. Можно задавать не только конкретные уровни скоростей потока и давлений, но и пользоваться различными режимами их запрограммированного изменения.

Колонки

Хроматограф дает Вам возможность управлять свойствами газа-носителя в колонке. К выбираемым режимам относятся: работа при постоянной или запрограммировано изменяющейся скорости потока; при постоянном или запрограммировано изменяющемся давлении. Система электронного регулирования потоков, обслуживающая испаритель для капиллярных колонок, сама себя перенастраивает для сохранения требуемых свойств газа даже при запрограммированном изменении температуры термостата.

Перед указанием параметров, соответствующих работе испарителя для капиллярных колонок, должны быть определены условия потока газа через колонку!

Методы и программы анализов

Действующий метод оговаривает набор параметров, контролирующих работу основного блока хроматографа, устройства автоматического ввода для 16 жидких проб и масс-селективного детектора. Программа (последовательность) анализов представляет собой перечень исследуемых проб и запомненных методов, соответствующих анализу конкретных образцов. Для ознакомления с описанием методов и программ (последовательностей) анализов, см. раздел "Масс-селективный детектор".

Сведения о техническом обслуживании основного блока хроматографа

Предохранители и батарейка

Для обеспечения правильной работы, хроматограф оснащен предохранителями и батарейкой. Доступ к ним разрешен только специалистам компании Интерлаб.

Характеристики предохранителей и батарейки, расположенных на основной печатной плате, приведены в таблице 6.

Таблица 6

Обозначение предохранителей	Номинал и тип предохранителей
F1, F2, F3, F4	8 А, переменное напряжение 250 В; со стеклянным корпусом, мгновенно срабатывающие; тип f согласно классификации Международной электротехнической комиссии (норматив 127)
Обозначение батарейки	Тип батарейки
BT1	Литиевая батарейка на 3 В; Panasonic BR3032

Характеристики предохранителей, расположенных на плате, распределяющей переменные питающие напряжения, приведены в таблице 7

Таблица 7

Обозначение	Сетевое напряжение	Номинал и тип
F1, F2	220 - 240 В	15А, переменное напряжение 250 В; с керамическим корпусом, мгновенно срабатывающие; тип f согласно классификации Международной электротехнической комиссии (норматив 127)
F3, F4	Любое	15А, переменное напряжение 250 В; со стеклянным корпусом, мгновенно срабатывающие; тип f согласно классификации Международной электротехнической комиссии (норматив 127)

Периодические работы, связанные с техническим обслуживанием, приведены в таблице 8.

Таблица 8

Периодичность работ	Содержание работ
Еженедельно	Замена септы; проверка плотности затяжки вставки и гаек, с помощью которых подсоединяется колонка

Еженедельно	Осмотр вставки в испарителе для капиллярных колонок и кольца, уплотняющего эту вставку (при необходимости, замена)
Ежеквартально	Замена внешней ловушки, которой оснащен канал выпуска отводимого (после деления потока) газа
1 раз в 6 месяцев	Замена внутренней ловушки, установленной в канал отводимого потока. Проверка отсутствия утечки газа. Проверке подлежат места всех подсоединений, начиная от источника газа. В газовом хроматографе следует проверять место подсоединения к испарителю для капиллярных колонок; подсоединение колонки к этому испарителю и к масс-селективному детектору
1 раз в 6 месяцев	Замена баллона с газом (гелием)*
Ежегодно	Кондиционирование или замена внутренних и внешних газовых ловушек и химических фильтров
Примечание – При типичной интенсивности эксплуатации прибора, емкости стандартного баллона с газом хватает на (примерно) 5-месячную работу хроматографа, оснащенного масс-селективным детектором. Заменяйте баллон, когда давление газа в нем упадет ниже 35 бар.	

Описание других органов управления и световых индикаторов

Управление работой основного блока хроматографа, масс-селективного детектора и устройства автоматического ввода жидких проб обеспечивается с помощью программного обеспечения «Маэстро». Подробные указания по пользованию этим программным обеспечением приведены в разделе «Масс-селективный детектор».

Находящиеся на передней панели основного блока хроматографа клавиши управления, цифровой индикатор и световые индикаторы

Цифровой видеоиндикатор. Дает возможность оценки состояния прибора, просмотра управляющих таблиц

Сектор с индикаторами состояния. Мигающие или постоянно горящие световые индикаторы информируют о состоянии хроматографа. Этот сектор показан отдельно на стр. 44

Клавишный пульт. Этими клавишами можно пользоваться для управления работой прибора вручную, просмотра управляющих таблиц и указания нужных значений параметров в этих таблицах

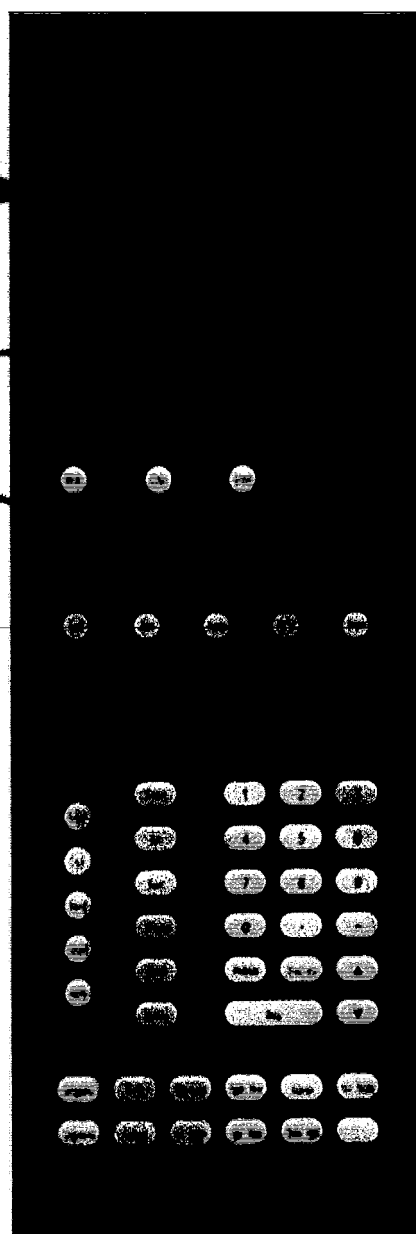


Рисунок 5 – Внешний вид клавишного пульта, панели со световыми индикаторами состояния и цифрового индикатора на основном блоке хроматографа

Цифровой индикатор

Воспринимайте этот индикатор как окно для проверки состояния прибора и

просмотра управляющих таблиц. В управляющей таблице верхняя строка представляет собой заголовок; другими строками отображается содержимое таблицы. Если объем таблицы составляет более 4 строк, для просмотра дополнительных строк пользуйтесь клавишами со стрелками, направленными вверх или вниз (▲ или ▼).

В цифровом индикаторе отображается версия ПО «ГХ МАЭСТРО-2» А.02.02.

Система нумерации версии представляет собой десятичную дробь в американском формате. При выпуске обновлений, не приводящих к функциональным изменениям, изменяется последнее число после точки. При выпуске обновлений, приводящих к функциональным изменениям, изменяется число после буквы:

Клавиши со стрелками, направленными вверх или вниз (▲ или ▼)

С помощью этих клавиш, вы можете просмотреть записи параметров в других строках управляющей таблицы.

Указатель (<)

Указывает редактируемую строку. Вносимые с помощью клавиатуры изменения вводятся в строку, помеченную указателем.

Звездочка (*)

Мигающая звездочка подсказывает Вам необходимость нажать клавишу «Ввод» для записи указанного значения в память или клавишу «Очистить» для отказа от записанного значения. Вы не сможете сделать что-то другое, пока не нажмете одну из этих клавиш.

КОЛОНКА 1		
Размеры	10.0 м	320 мкм
Давл	0.0	off
Поток		1 *
Скорость		0.0
Режим:	Пост поток	

Если звездочка мигает, Вы не сможете выполнить никаких действий, пока не нажмете клавишу Ввод или Очистить

Рисунок 6 – Пример управляющей таблицы на цифровом индикаторе на основном блоке хроматографа, относящейся к настройке колонок; пример установки значения потока

Пояснение показанных надписей:

- Размеры - габариты колонки (длина 10,0 м; толщина пленки фазы: 320 мкм)
- Давл – давление
- Поток - объемная скорость потока
- Скорость - линейная скорость потока
- Режим: Пост поток - поддержание скорости потока постоянной

Звездочка, имеющаяся в таблице слева (и переставшая мигать), указывает на только что сделанный выбор.

Поскольку эта звездочка оказывается в строке слева, она подменит первую букву фразы строки.

Если прибор подает звуковой сигнал тревоги (сигналы "бип")

Если не может быть достигнут заданный уровень скорости потока газа, Вы слышите серию звуковых сигналов "бип". Через 1 - 2 минуты, поток газа окажется выключенным.

Если обеспечилось выключение нагревателей из-за обнаруженного превышения температуры, звуковой сигнал будет подаваться почти непрерывно. Для отмены такого сигнала, нажмите клавишу «Очистка».

О любом другом типе неисправности, о выводе предупреждающего сообщения или об отключении, прибор сообщает одиночным сигналом "бип".

Мигающее значение

Если поток газа или термостат выключены системой, в соответствующей строке управляющей таблицы будет иметься мигающее слово «Выкл.». Это дает Вам возможность опознать место, с которым связан сбой в работе.

Фактические и заданные значения

Если в строке управляющей таблицы имеются 2 значения, левое всегда соответствует фактически достигнутому, а правое - заданному. Когда показывается лишь одно значение, оно может быть фактическим или заданным (в зависимости от типа таблицы). В некоторых управляющих таблицах (таких, как определяющие условие потока через колонку), находящимся справа числом указывается как фактическое, так и заданное значение.

КОЛОНКА 1			
Размеры	30.0	и 320 мм	Фактическое значение
Давл	10.0	10.0	Заданное значение
Поток		1.7	Заданное и фактическое значение
Скорость		51	
Режим: Пост давление			

Рисунок 7 – Пример управляющей таблицы на цифровом индикаторе на основном блоке хроматографа, относящейся к настройке колонок; пример отображения заданного и фактического значений

Предупреждающие сообщения

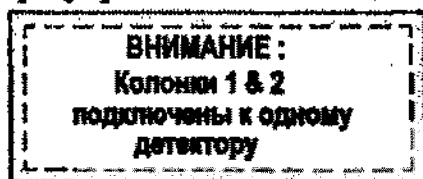
Такие сообщения обращают внимание на то, что указание конфигурации прибора может оказаться неправильным. Подобные сообщения выводятся, когда:

- Согласно указанию конфигурации, колонка 1 и колонка 2 подключены к одному испарителю для капиллярной колонки.

- Вспомогательный канал указан как обслуживающий вводящее образец устройство, а при записи типа газа-носителя, подающегося через этот вспомогательный канал, назван воздух. Нельзя пользоваться воздухом в качестве газа-носителя.

Предупреждающее сообщение:

Предупреждающее сообщение



Для удаления этого сообщения, нажмите клавишу Очистить. После этого можно будет указать конфигурацию иначе (если понадобится) или можно будет пользоваться указанной конфигурацией

Рисунок 8 – Пример предупреждающего сообщения, возникающего при подключении двух колонок к одному детектору

Пояснение приведенного на рисунке предупреждения: Колонки 1 и 2 подключены к одному детектору.

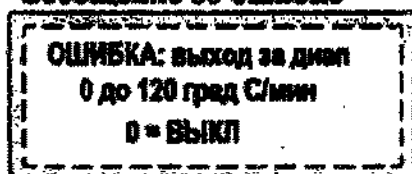
Для удаления этого сообщения, нажмите клавишу Очистить. После этого, можно будет указать конфигурацию (оснастку) иначе (если потребуется). Или можно будет пользоваться указанной конфигурацией.

Сообщения об ошибках

Такие сообщения выводятся, когда:

- Введенное Вами значение выходит за дозволённый диапазон;
- Прибор не имеет такой аппаратурной оснастки, которая необходима для выполнения запрошенной Вами операции.

Сообщение об ошибке



Для удаления этого сообщения, нажмите клавишу Очистить. Вам придется ввести иное значение, изменить аппаратурную оснастку или указать иную конфигурацию. Лишь после этого Вы сможете продолжить работу

Рисунок 9 – Пример сообщения об ошибке, возникающего при установлении значения, выходящего за допустимые границы диапазона

Поскольку в этом сообщении имеются сокращения, ниже оно приводится в полном (расшифрованном) виде:

Ошибка: выход за дозволённый диапазон от 0 до 120 °С; указание нуля соответствует отключению нагрева.

Чтобы удалить это сообщение, нажмите клавишу «Очистить». Вам придется ввести другое значение, изменить аппаратурную оснастку или указать другую конфигурацию. Лишь после этого Вы сможете продолжить работу.

Иные предупреждающие сообщения об ошибках

Когда хроматограф по какой-то причине отключается, обнаруживается неисправность или имеется причина для вывода предупреждающего сообщения, на цифровом индикаторе появляется сообщение, содержащее тип и номер ошибки, а

также краткое пояснение.

Панель со световыми индикаторами состояния



Рисунок 10 – Внешний вид панели со световыми индикаторами состояния на основном блоке хроматографа

Пояснение показанных надписей:

- Конечн темп - конечная температура
- Нач темп - начальная температура
- Предстарт - выполнение действий, предшествующих подаче команды запуска

Назначение световых индикаторов, имеющихсся на панели, информирующей о состоянии

Таблица 9 – Описание сетевых индикаторов на основном блоке хроматографа

Световой индикатор	Пояснения
Экономия газа	Указывает на то, что испаритель для капиллярной колонки обслуживается системой экономии газа
Связь с ПК	Прибор работает в режиме связи с компьютером
Нач темп	Эти световые индикаторы указывают состояние выполнения запрограммированного изменения температуры термостата
Нагрев	
Конечн темп	
Предстарт	Выполнение действий, предшествующих подаче команды запуска
Стоп	Загорание этого светового индикатора свидетельствует, что хроматограф по какой-то причине не готов к работе. Кроме того, этот индикатор загорается всегда после подачи команды остановки

Клавишный пульт

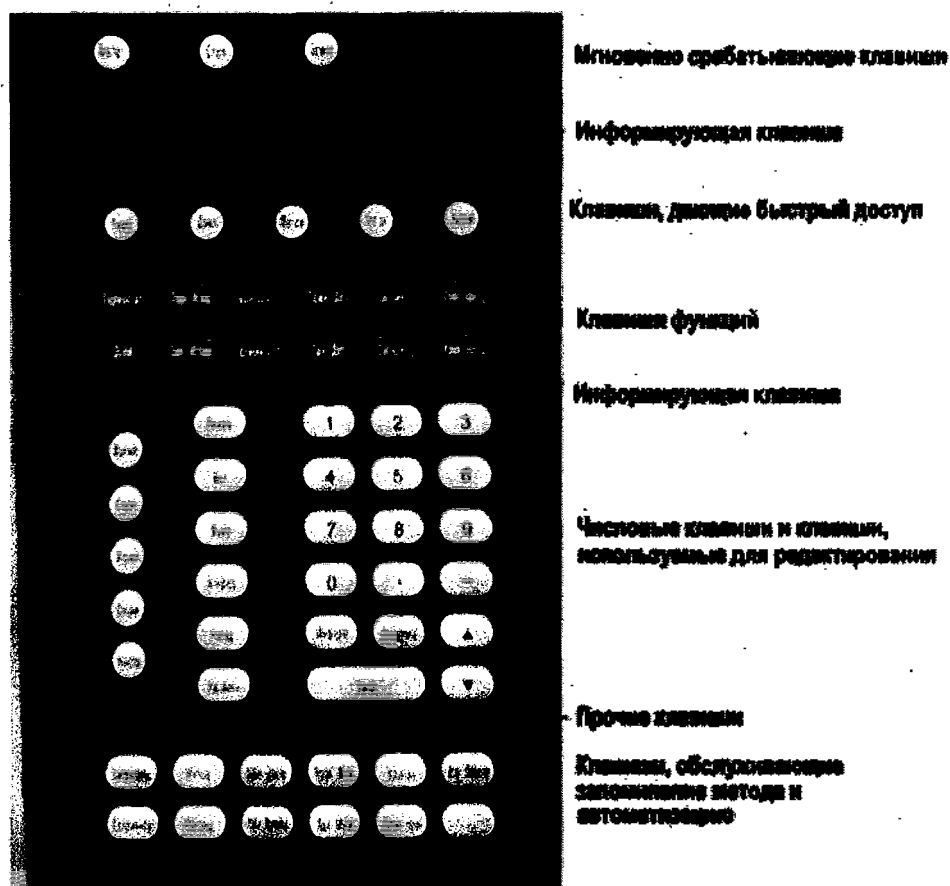


Рисунок 11 – Внешний вид клавишного пульта на основном блоке хроматографа

Мгновенно срабатывающие клавиши: Запуск (клавиша с символом компании Интерлаб), Предстарт и Стоп

Нажатие этих клавиш мгновенно приводит к отклику основного блока хроматографа.

Клавиши Запуск (клавиша с символом компании ИнтерЛаб) и Стоп

Нажатием этих клавиш начинается и прекращается (соответственно) любая хроматографическая разгонка. Нажатие клавиши «Стоп» отменяет отработку функций, вызываемых с помощью клавиши «Предстарт» или выполнение операций, обрабатываемых после восстановления электропитания. Кроме того, нажатие клавиши «Стоп» прекращает отработку программы (последовательности) анализов, заданной через хроматограф.

Клавиша «Предстарт»

Если Вы пользуетесь одной или несколькими из перечисленных ниже функций, необходимо будет нажать клавишу «Предстарт» для подготовки к разгонке:

- При работе с системой экономии газа: отменяется снижение скорости потока (дающей экономию газа); скорость потока через испаритель для капиллярной

колонки устанавливается на заданный уровень;

- При пользовании введением образца без деления потока: закрывается продувочный клапан;
- При пользовании введением образца импульсом давления с делением или без деления потока: давление на вводящем образцы устройстве повышается до заданного уровня, соответствующего началу импульса.

Нажатие клавиши «Предстарт» приводит к загоранию светового индикатора (находящегося под этой клавишей). Если этот световой индикатор мигает, производится подготовка хроматографа к началу разгонки (прибор ожидает достижения заданных значений параметров, но не тех, которые были связаны с режимом «Предстарт»). После выхода на эти значения, световой индикатор начинает гореть устойчиво и происходит то, что предписано для самого режима «Предстарт». После 6-секундного периода уравнивания, хроматограф оказывается подготовленным к работе.

Если Вы нажимаете клавишу «Предстарт», когда мигает соответствующий ей световой индикатор, этот световой индикатор перестает мигать (хотя все заданные значения еще не достигнуты). На этом этапе, к обслуживанию разгонки оказываются подготовленными система экономии газа и продувочный клапан, обслуживающие передний испаритель для капиллярных колонок.

Когда устройство автоматического ввода на 16 жидких проб или какое-то другое устройство, управляющее автоматической работой (например, система обработки данных), не предусматривают задействование функции «Предстарт», Вы должны ввести хроматограф в режим «Авто» предварительный (автоматический переход в режим подготовки к разгонке).

Клавиши функций

В таблице 10 перечислены клавиши функций и кратко указано их назначение.

Таблица 10

Клавиша	Используется для:
Термостат	Указания температуры термостата (как для работы при неизменной температуре, так и в режиме запрограммированного изменения температуры).
Прдн Испар (передний испаритель для капиллярной колонки)	Управления параметрами, соответствующими работе переднего испарителя для капиллярной колонки.
Здн Испар (задний испаритель для капиллярной колонки)	Управления параметрами, соответствующими работе заднего испарителя для капиллярной колонки. В газовом хроматографе МАЭСТРО ГХ такого испарителя нет.
Доп# (вспомогательные зоны)	Управления нагревом вспомогательных зон (таких, как интерфейс, соединяющий с масс-селективным детектором). Может обеспечиваться и запрограммированное изменение температуры.

Колонка 1 Колонка 2	Для управления давлением на колонке, объемной или линейной скоростью потока через колонку. Можно программировать изменение скорости потока через колонку и давления на колонке.
Клавиша	Предназначение:
Прдн Дет (передняя головка детектора) Здн Дет (задняя головка детектора)	Для управления параметрами, соответствующими работе встроенных в хроматограф детекторов. В газовом хроматографе МАЭСТРО ГХ таких детекторов нет.
Сигнал 1 Сигнал 2	Указания предназначения сигнала (обычно, сигнала от передней или задней головок встроенных в хроматограф детекторов). В газовом хроматографе МАЭСТРО ГХ таких детекторов нет.
Комп кол 1 (компенсация для колонки 1) Комп кол 2 (компенсация для колонки 2)	Записи соответствующей колонке компенсационной хроматограммы. Эта функция при работе с газовым хроматографом МАЭСТРО ГХ не реализуется (поскольку в этом приборе встроенных детекторов нет).

Клавиши, дающие быстрый доступ: «Темп» (температура), «Давл» (давление), «Поток», «Нагрев#» (номер сегмента изменения температуры)

Эти клавиши обеспечивают быстрый доступ к заданным значениям параметров (таким, как температура, давление или скорость потока); оговариваемым в управляющих таблицах.

Клавиши «Темп» (температура), «Давл» (давление) и «Поток»

Если на индикатор не выведена управляющая таблица, нажатие этих клавиш дает быстрый доступ:

- Темп – К таблице с температурой термостата
- Давл – К таблице с давлением для переднего испарителя для капиллярной колонки
- Поток – К таблице со скоростью потока через колонку 1 или колонку 2

Если параметр, для которого нажата клавиша, отсутствует в открытой (на данный момент) таблице, нажатие этих клавиш выводит на цифровой индикатор соответствующую управляющую таблицу. Например, если открыта управляющая таблица с температурами термостата, и Вы нажимаете клавишу «Давл» (давление), на индикатор выводится управляющая таблица с параметрами для переднего испарителя для капиллярной колонки (указатель оказывается установленным на строку «Давл»).

Показывается таблица,
соответствующая
термостату

ТЕРМОСТАТ		
Темп	24	50
Нач время	3.00	
Нагрев 1	10	<
Конеч темп 1	150	
Конеч время 1	5	
Нагрев 2 (Выкл)	0.00	

Появляется таблица,
соответствующая переднему
испарителю для капиллярной колонки

ПЕРЕДНИЙ ИСПАРИТЕЛЬ		
Режим: без разделения		
Темп	24	Выкл
Давл	0.0	Выкл <
Время промывки	0.00	
Поток промывки	0.0	
Суммарный поток	0.0	
Экономия газа	Выкл	

Нажатие клавиши Давл
(давление)

Рисунок 12 – Пример управляющих таблиц на цифровом индикаторе на основном блоке хроматографа в случае нажимания на кнопку настройки параметра, не относящегося к открытой в текущий момент управляющей таблице

Пояснение содержимого правой таблицы:

- ПЕРЕДНИЙ ИСПАРИТЕЛЬ - передний испаритель для капиллярной колонки
- Режим: без разделения - режим: без деления потока
- Темп - температура
- Давл - давление
- Время промывки - момент начала продувки
- Поток промывки - скорость продувочного потока
- Суммарный поток - скорость суммарного потока
- Экономия газа - система экономии газа

Клавиша «Нагрев#» (номер сегмента изменения температуры)

Когда открытой управляющей таблицей не предусмотрено запрограммированное изменение температуры, скорости потока или давления, последовательное нажатие клавиши «Нагрев#» и клавиши числа приводит к выводу на индикатор управляющей таблицы, соответствующей управлению работой термостата. Если никаких сегментов изменения температуры в эту таблицу не записано, указатель окажется в строке «Нагрев 1» («Выкл»).

Последовательное нажатие клавиш
Нагрев # (номер сегмента изменения
температуры) и 2

ТЕРМОСТАТ		
Нагрев 1 (Выкл)	0.00	<

Открывается таблица, управляющая температурой термостата. Поскольку эта таблица не содержит указаний запрограммированного изменения температуры, указатель оказывается в строке Нагрев 1 (Выкл)

Рисунок 13 – Пример управляющей таблицы на цифровом индикаторе на основном блоке хроматографа в случае нажатия на кнопку «Нагрев#» в отсутствие

запрограммированного изменения температуры

Если на индикаторе имеется управляющая таблица, содержащая запись сегментов изменения температуры, скорости потока или давления, последовательное нажатие клавиши «Нагрев#» и клавиши числа (1 - 6) приводит к смещению указателя в первую строку для указанного номера сегмента. Если сегмента с указанным номером не имеется, указатель устанавливается в строку с наивысшим номером сегмента, присутствующую в управляющей таблице.

Клавиша «Информ» (информация)

Нажатие этой клавиши выводит на индикатор подсказывающее сообщение, предоставляющее сведения об активном параметре (соответствующем строке с указателем).

Существуют разные формы подобных информирующих сообщений:

- Определения понятий;
- Диапазоны указываемых значений;
- Подлежащие выполнению действия.

Управляющая таблица с указанием того, что хроматограф готов или не готов к работе

Эта управляющая таблица перечисляет причины, из-за которых хроматограф не готов к работе, или подменяется сообщением "система готова к введению образца". Если отмечены какие-то неисправности, подлежат выводу предупреждающие сообщения, или обнаружено несоответствие метода, все такие сведения будут показаны в таблице.

Сводная информация о состоянии

В этом списке перечисляются заданные значения, заимствованные из введенных в прибор действующих управляющих таблиц. Вызов такого списка на цифровой индикатор: быстрый способ просмотра действующих значений непосредственно в ходе обслуживания хроматографической разгонки (без необходимости последовательного просмотра многих управляющих таблиц).

Процедура: указание вида таблицы со сводной информацией о состоянии

Вы можете изменить порядок перечисления данных в таблице состояния таким образом, чтобы 3 наиболее важных параметра появлялись в окне, когда Вы получаете доступ к таблице.

- Последовательно нажмите клавиши «Настр» (настройка) и «Состояние».
- Переместите указатель в ту строку, которая должна появляться первой, и нажмите клавишу «Ввод». Теперь, указанный параметр появится в верхней строчке перечня.
- Переместите указатель в ту строку, которая должна появляться второй, и

нажмите клавишу «Ввод». Теперь, указанный параметр появится во второй строчке перечня.

- Продолжайте повторять описанные выше операции до тех пор, пока не получите все перечисление в желаемом порядке.

Прочие клавиши; клавиша «Время»

Управляющая таблица, дающая возможность проконтролировать время, заголовком не снабжена. В первой строке всегда сообщаются текущая дата и фактическое время суток. В последней строке всегда приводятся показания секундомера.

Пользование секундомером

В режиме пользования секундомером указываются время (с точностью до 0,1 сек) и величина, обратная времени (с точностью до 0,01 мин⁻¹). Секундомер используется при измерении скорости потока газа пузырьковым расходомером.

- 1) Сместите указатель в ту строку управляющей таблицы, вызываемой нажатием клавиши «Время», в которой сообщаются показания секундомера.
- 2) Для запуска секундомера, нажмите клавишу «Ввод».
- 3) Для остановки секундомера, снова нажмите клавишу «Ввод».
- 4) Сброс показаний секундомера обеспечивается нажатием клавиши «Очистить». Пока работает секундомер, Вы можете получить доступ к другим функциям. Для возврата к показаниям секундомера на индикатор, в этом случае придется нажать клавишу «Время».

Клавиша «Журнал»

В протокольный журнал записываются отклонения от запланированного метода (включая любые вмешательства через команды с клавишного пульта), отмеченные во время обслуживания последней разгонки. Может быть сохранена информация о многих событиях, случившихся в ходе разгонки (до 50 событий). Такие запротоколированные сведения могут быть использованы ради соблюдения Международных требований к организации работ в лаборатории (GLP). Содержимое протокольного журнала может быть передано системе обработки данных или распечатано интегратором (не входит в состав поставки хроматографа).

Клавиша «Варианты»

Клавиша «Варианты» дает доступ к параметрам, указываемым при установке прибора.

Каждый из параметров управляющей таблицы «Варианты» обладает собственной (присвоенной ему) управляющей таблицей. Переведите указатель в соответствующую строку и нажмите клавишу «Ввод», чтобы индивидуальная таблица (под конкретный параметр) была выведена на индикатор.

Клавиши, изменяющие состояние прибора или используемые при редактировании

Клавиши, изменяющие состояние прибора или используемые для редактирования, расширяют функции некоторых клавиш, с помощью которых задаются значения параметров.

Клавиша «Режим»

Пользуйтесь этой клавишей для получения доступа к перечню возможных режимов или типов, связанных с теми вариантами указываемых параметров, которые задаются не через числовые значения. Для изменения режима или типа, выберите интересующую строку и нажмите клавишу «Ввод». Указанный на данный момент режим или тип отмечается звездочкой (*).

Клавиша «Очистка»

Клавиша «Очистка» используется для:

- Стирания значений, неправильно введенных в управляющую таблицу до того, как была нажата клавиша «Ввод» [т.е. когда звездочка (*) все еще мигает];
- Возврата обратно от варианта, выбранного с помощью клавиши «Режим», до того, как была нажата клавиша «Ввод»;
- Сброса показаний секундомера на нуль;
- Стирания информационного сообщения и возврата к информации, ранее выводившейся на индикатор (до появления информационного сообщения);
- Отмены функции во время работы с таблицей последовательности; таблицей метода; таблицей событий, программируемых относительно времени суток; таблицей того, что подлежит выполнению во время разгонки. Отмена функции при вводе программы анализов или записи такой программы в память; при вводе метода или записи метода в память.

Клавиша «Удалить»

Используется для стирания методов и программ анализов; для стирания записей, введенных в таблицу того, что подлежит выполнению во время разгонки, или в таблицу событий, программируемых относительно времени суток.

Нажатие клавиши «Удалить» отменяет процесс регулировки смещения при работе с детектором соединений азота и фосфора, с электрозахватным детектором (но не влияет на другие параметры, соответствующие работе этих детекторов).

Клавиша "."

С помощью этой клавиши указывается положение десятичного знака.

Клавиша "-"

Клавиша "-" используется для указания диапазона чисел (включительно).

Рассмотрим следующие примеры:

- Диапазон номеров проб, с 1 по 3: последовательно нажмите клавиши "1", "-", "3"
- Диапазон виал с пробами, с 1 по 10: последовательно нажмите клавиши "1", "-", "1", "0"
- Кроме того, эта клавиша используется для указания знака "минус" при записи отрицательных значений.
- Например, для записи числа -5, последовательно нажимают клавиши "-" и "5"

Параметры, предполагаемые системой автоматически

Большинству параметров значения присваиваются самим программным обеспечением основного блока хроматографа автоматически (если Вы не указываете их самостоятельно). К таким параметрам относятся и те, которые определяют режим работы испарителей для капиллярных колонок. После того, как Вы изменили значение параметра, предполагаемое самой системой автоматически (для него) значение стирается.

Когда-нибудь позже, Вы можете захотеть вернуться к параметрам, предполагавшимся самой системой автоматически. При этом окажутся стертыми все текущие параметры (за исключением вошедших в состав методов, записанных в память). Стертые параметры подменяются набором параметров, предполагаемых самой системой автоматически.

Регулирование скоростей потока и давления

В хроматографе используется система электронного регулирования потоков или давления. Скорости потока и давления (для испарителя, к которому подсоединена капиллярная колонка) могут задаваться с помощью клавишного пульта хроматографа.

Выключение термостата

Если прекращается подача газа-носителя, термостат выключается (для избежания повреждения колонки нагревом без потока газа-носителя). Заслонки (используемые для выпуска воздуха из термостата и расположенные со стороны задней стенки хроматографа) открываются наполовину.

Для исправления ситуации, если возможно, установите причину отключения и устраните ее. После этого включите нагрев термостата и (сразу же) установите рабочие режимы потока газа через испаритель для капиллярной колонки (тот испаритель, из-за прекращения подачи газа через который произошло отключение).

Включение и выключение потоков газа

Все потоки газа можно включить или выключить с помощью клавишного пульта. При этом не нарушится указание значений скоростей потока или давлений.

Клапаны, имеющиеся в узле системы электронного регулирования потоков, предназначены для дозированного пропускания газа, а не для включения или выключения потока. Когда такой клапан заставляют установиться в выключающее состояние, все еще возможен слабый поток газа через канал (например, со скоростью 0,2 мл/мин). Цифровой индикатор будет показывать наличие такой скорости потока даже несмотря на то, что индикатором будет указываться и состояние «Off» (выключено). Обратите внимание на то, что утечка является внутренней (а не утечкой газа во внешнюю среду).

Электронное регулирование потоков

Основной блок хроматографа способен электронно регулировать скорости потока и давления всех газов. Обеспечиваются:

- Регулирование скоростей потока и (или) давлений в испарителе для капиллярной колонки (включая запрограммированное изменение скорости потока через колонку или давления на колонке).
- Пользование системой экономии газа (позволяющей снизить расход газа, подводимого к испарителю для капиллярной колонки).
- Управление коэффициентами деления потока с клавишного пульта (при условии, что хроматографу правильно указана конфигурация колонки).

Управляющая аппаратурная оснастка размещена в верхней части хроматографа (под крышкой, у задней стенки). Необходимые уровни значений (для испарителя, к которому подсоединена капиллярная колонка) задаются с помощью соответствующей управляющей таблицы.

Расшифровка показаний скорости потока и давления

Платой, обслуживающей электронное регулирование давления, используются датчик атмосферного давления и датчик окружающей температуры (для того чтобы избежать влияния местных условий на воспроизводимость времен удерживания). Указанные выше датчики расположены в узлах, обслуживающих пневматическое регулирование потоков.

Все показания скорости потока и давления нормированы по нормальным температуре и давлению (нормальная температура равна 25°C, а нормальное давление составляет 1 атм.). Подобным же образом, задаваемые значения оказываются скорректированными согласно местным условиям.

Поэтому скорость потока, показываемая цифровым индикатором основного блока хроматографа, может не совпадать со скоростью, отмечаемой при пользовании пенно-мыльным измерителем потока (поскольку такой измеритель дает показания, соответствующие местным условиям [не типичные для нормальных температуры и нормального давления]).

ПРИМЕЧАНИЕ: Хроматограф непрерывно измеряет скорости потока и давления. Это оказывает влияние на способ настройки прибора его владельцем.

Указание конфигурации

Основной блок хроматографа распознает присутствие узла, обслуживающего электронное регулирование потоков в испарителе для капиллярной колонки, во время отработки программы самоконтроля, начинающейся после включения питания (аналогичным образом распознается наличие и многих других устройств). Однако некоторая исходная информация должна быть введена вручную. Такое указание сведений называют указанием конфигурации. Указанию подлежат:

- Характеристики колонки (можно эти характеристики и не указывать; однако при работе с капиллярными колонками вводить такие указания настоятельно рекомендуется)
- Тип используемого газа-носителя. Наличие масс-селективного детектора требует пользоваться только гелием.

Информация, соответствующая конфигурации, хранится в той части запоминающего устройства, которая имеет подпитку от батарейки (т.е. сохраняется независимо от того, включен ли основной блок хроматографа).

Испаритель для капиллярной колонки и сама колонка

Поскольку этот испаритель обслуживается системой электронного регулирования давления, имеется возможность непосредственно указать нужную скорость потока газа через капиллярную колонку. Для этого:

- 1) Укажите характеристики колонки (длину, внутренний диаметр, толщину пленки фазы).
- 2) Укажите тип газа-носителя (используется только гелий)
- 3) Выберите режим подачи газа через колонку (обеспечение постоянной скорости потока или постоянного давления; запрограммированное изменение скорости потока или давления)
- 4) Укажите исходную скорость потока или исходное давление (можно указать среднюю линейную скорость потока)
- 5) Введите программу изменения скорости потока или давления (если изменение этих параметров программируется).
- 6) Введите остальные параметры, определяющие режим работы испарителя для капиллярной колонки.

Указание характеристик колонки

Указание характеристик колонки сводится к указанию длины, диаметра и

толщины пленки фазы. Пользуясь этой информацией, хроматограф способен подсчитать скорость потока через колонку, что позволяет осуществлять следующие действия:

- Можно непосредственно задавать коэффициент деления потока (прибор сам подсчитает и установит соответствующие скорости потока).
- Можно задавать скорость потока, давление на колонке или среднюю линейную скорость. Хроматограф подсчитает давление, необходимое для обеспечения указанной скорости потока (или линейной скорости), установит ее и сообщит все 3 значения (скорость потока, давление на колонке и среднюю линейную скорость).
- Можно вводить образцы без деления потока совсем не измеряя скорости потока газа.
- Можно выбрать любой из 4 режимов обеспечения потока (обсуждаемых в приводимом далее тексте).

Дополнительные замечания, касающиеся указания характеристик колонок

- Поправка на влияние вакуума: колонка подключена к масс-селективному детектору, поэтому нужен выбор значения "используется". Введение такой поправки дает возможность компенсировать влияние вакуума при работе с масс-селективным детектором.
- Некоторые значения, заданные системе электронного регулирования потоков, изменяются при изменении температуры термостата (из-за изменений сопротивления колонки и вязкости газа). Однако скорость потока через колонку остается той, которая была задана при указании параметров для колонки (при описании режимов сохранения постоянных скорости потока или давления; при указании программы изменения скорости потока или давления). Сохраняются и исходные заданные значения.

Указание типа газа-носителя

Необходимо указать используемый газ-носитель, а именно гелий, для работы газового хроматографа.

Выбор режима подачи газа через колонку

Указание скорости потока

Скорости потока корректируются с учетом нормальной температуры (25 °C) и нормального давления (1 атм.).

- **Режим обеспечения постоянной скорости потока.** В течение всей хроматографической разгонки, скорость потока газа-носителя через колонку сохраняется постоянной. Если сопротивление колонки газу изменяется (из-за запрограммированного изменения температуры), давление на колонке подстраивается для соблюдения скорости потока неизменной. Это дает

возможность значительно сократить продолжительность анализа.

- **Запрограммированное изменение скорости потока.** Во время хроматографической разгонки, скорость потока изменяется по заданной Вами программе. Можно предусмотреть до 3 сегментов изменения скорости потока (каждый из сегментов может оговаривать запрограммированное линейное повышение и период последующей выдержки при конкретной скорости).

Указание давления

Указываемые уровни давления соответствуют измеряемым датчиком (т.е. разнице между абсолютным давлением и местным атмосферным давлением).

- **Режим обеспечения постоянного давления.** В течение всей хроматографической разгонки, давление на входе колонки (измеряемое датчиком) сохраняется постоянным. Если сопротивление колонки газу изменяется (из-за запрограммированного изменения температуры), давление на входе в колонку (регистрируемое датчиком) поддерживается неизменным (за счет подстройки скорости потока через колонку).
- **Запрограммированное изменение давления.** Давление на входе в колонку повышается во время разгонки по заданной Вами программе. Можно предусмотреть до 3 сегментов изменения давления (каждый из сегментов может оговаривать запрограммированное линейное повышение и период последующей выдержки при конкретном давлении).

Указание исходной скорости потока, исходного давления или средней линейной скорости

Если характеристики колонки указаны, можно запросить установку любого из этих параметров (остальные 2 параметра будут подсчитаны автоматически; сведения об их значениях окажутся выведенными на цифровой индикатор).

Например, Вы выбрали режим *сохранения давления постоянным*. Затем Вы можете указать (в качестве исходного параметра) скорость потока через колонку. Хроматограф вычислит давление, требуемое для обеспечения такой скорости потока (подсчитает и среднюю линейную скорость), и будет сохранять этот уровень давления неизменным в ходе обслуживания всей хроматографической разгонки.

Если Вы выбрали режим *сохранения постоянной скорости*, и указали эту скорость в качестве исходного параметра, хроматограф подсчитает давление, нужное для обеспечения такой скорости, но будет подстраивать давление (чтобы скорость потока оставалась неизменной).

Если характеристики колонки *не указаны*, Вы можете задавать лишь давление.

Программирование изменения скорости потока или давления (если это требуется)

Если Вы выбрали режим запрограммированного изменения скорости потока или

давления, в управляющей таблице, соответствующей потоку газа через колонку, будут иметься строки, дающие возможность записи программы.

Вы начинаете с указания исходного значения (или исходное давление, или [исходная скорость потока]) и исходного времени).

Указание программы завершается указанием скорости, равной 0.

При запрограммированном изменении скорости потока или давления, в строках с параметрами давление, скорость потока и линейная скорость [т.е. в строках, в которые Вы записывали условия] значения изменяются, отображая состояние отработки программы.

Продолжительность всей запрограммированной отработки определяется продолжительностью запрограммированного изменения температуры термостата. Если запрограммированное изменение скорости потока или давления заканчивается до завершения аналитической разгонки (до завершения запрограммированного изменения температуры термостата), конечные значения скорости потока или давления остаются неизменными до истечения самого длинного периода, заданного в качестве конечного времени.

Резюме

СПЕРВА: указываются параметры и режимы для колонки

ЗАТЕМ: для остальной части прибора

Указание остальных параметров, определяющих режим работы испарителя для капиллярной колонки

Испаритель может работать в 4 режимах:

- **С делением потока:** образец делится потоком, поступающим в колонку, и потоком, отводимым от колонки
- **Без деления потока:** образец не делится. Большинство образца попадает в колонку. Небольшое количество образца выносится (из испарителя) через канал продувки прокладки (это дает возможность избежать избыточного размывания пика и излишнего затягивания пика растворителя).
- **Введение образца импульсом давления с делением потока.** Режим аналогичен описанному выше для случая работы с делением потока. Исключением является то, что давление на испарителе для капиллярной колонки повышается до введения образца (или во время введения) и возвращается к нормальному в момент времени, указанный владельцем системы. Это дает возможность вводить большие количества образцов и может снизить степень разрушения образца. Такое специальное "программирование" обеспечивается независимо от программирования 3-сегментного изменения скорости потока или давления.
- **Введение образца импульсом давления без деления потока.** Производится аналогично режиму, описанному выше (только без деления потока).

ПРИМЕЧАНИЕ: Данным руководством по эксплуатации предусмотрено пользование только делением потока.

Работа испарителя для капиллярных колонок может обслуживаться системой экономии газа. В этом случае, после того, как завершено введение пробы, снижается скорость потока газа-носителя в испарителе (и скорость отводимого потока) без изменения скорости потока газа через колонку.

Во всех испарителях для капиллярных колонок, оснащенных системой электронного регулирования потоков, скорость продувающего прокладку потока устанавливается автоматически.

И, конечно, может регулироваться температура устройства для введения образца.

Термостат

Предохранительные меры

Ради обеспечения безопасности, при открывании дверки термостата обеспечивается выключение нагревателя и вентилятора.

После того, как дверку термостата закрывают, хроматограф возвращается к нормальной работе.

Если термостату не удастся достигнуть заданной температуры или поддерживать такую температуру во время обычного варианта работы (т.е. при температуре выше комнатной), предполагается наличие неисправности и термостат автоматически выключается. К возможным причинам неисправности относятся следующие:

- Не работают заслонки, с помощью которых нагретый воздух выпускается из термостата
- Не обеспечивается правильная работа вентилятора, обслуживающего термостат; нагревателя или датчика температуры
- Неисправность электронных схем

При автоматическом отключении строка с записью выкл в управляющей таблице, соответствующей термостату, начинает мигать и термостат остается выключенным до тех пор, пока не будет включен снова.



Рисунок 14 – Схематичное изображение сектора с индикаторами состояния при автоматическом отключении термостата

Максимальная температура

Указание максимальной дозированной температуры термостата. Некоторые колонки характеризуются специфическими максимально допустимыми температурами. При записи параметра должны учитываться эти ограничения. После записи параметров для термостата, значения их проверяются хроматографом. Если введенное значение не согласуется с указанными ранее, на индикатор выводится сообщение об ошибке.

Продолжительность периода уравнивания

Время, уходящее на уравнивание температуры термостата после того, как температура его менялась. Отсчет периода уравнивания начинается с момента, когда фактическая температура термостата оказалась приближенной на 1°C к заданной температуре. В качестве продолжительности периода уравнивания могут задаваться значения, попадающие в диапазон от 0 до 999,99 минут.

Проведение разгонки при запрограммированном изменении температуры

Вы можете программировать изменение температуры (в ходе хроматографической разгонки) от исходной температуры до конечной температуры при общем числе сегментов линейного изменения не более 6.

При 1-сегментном изменении, температура повышается от исходной до указанной конечной с заданной скоростью; конечная температура поддерживается в течение оговоренного периода времени.

Многосегментное изменение температуры обеспечивается аналогичным образом. Вы программируете изменение температуры от исходной до конечной, но с различными скоростями, временами выдержки и промежуточными температурами. Многосегментным изменением может предусматриваться и понижение (а не только повышение) температуры.

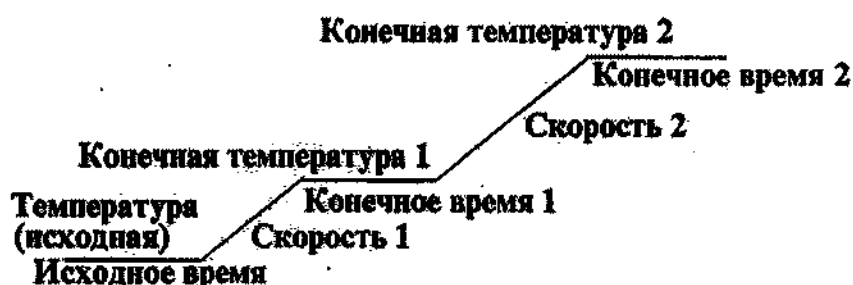


Рисунок 15 – Схематичное изображение сектора с индикаторами состояния при многосегментном изменении температуры

Испаритель для капиллярной колонки, с делением потока

Пользование таким испарителем

Это устройство дает возможность введения образца в колонку с делением потока, без деления потока, импульсом давления без деления потока и импульсом давления с делением потока. Вы можете выбрать нужный рабочий режим из управляющей таблицы, соответствующей испарителю для капиллярной колонки. Введение с делением потока обычно применяется для анализа основных, концентрированных компонентов; введение без деления потока - для анализа микропримесей. Введение импульсом давления без деления потока и введение импульсом давления с делением потока обычно дают возможности проведения тех же анализов (что и при введении без деления потока или с делением потока, соответственно), но при введении больших количеств образца.

Затягивание гайки, фиксирующей септу

Гайка, фиксирующая септу, оснащена поджимающей септу пружиной. При давлениях (на входе испарителя для капиллярной колонки) до 7 бар, затягивайте эту гайку до тех пор, пока заводное кольцо не поднимется (примерно) на 1 мм над верхней поверхностью гайки. Такой степени затягивания достаточно для большинства вариантов работ.

Если приходится пользоваться более высокими давлениями на испарителе, затягивайте гайку до тех пор, пока заводное кольцо не перестанет поворачиваться.

Это указывает на то, что фиксирующая гайка всей поверхностью прижала септу. Затем, поверните фиксирующую гайку еще на один полный оборот.

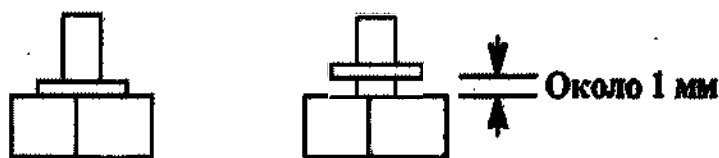


Рисунок 16 – Схематичное изображение гайки, фиксирующей септу

Вставки в испаритель для капиллярной колонки

Выбор вставки зависит от используемого типа введения: с делением или без деления потока. Предлагается много вариантов вставок. Для ознакомления с ними обратитесь к компании Интерлаб.

Процедура: Замена вставки в испарителе

Перечень требуемых материалов и приспособлений

- Вставка в испаритель (ЕСМ7.110.003)
- Пинцет (ЕСМ7.005.001)

- Ключ для разборки капиллярного испарителя (ЕСМ7.000.001)

- Уплотнительное кольцо (ЕСМ7.111.016)

1) Нажмите клавишу Термостат и задайте термостату температуру, равную 35°C. Когда температура достигнет заданного уровня, выключите термостат. Нажмите клавишу Прдн испар (передний испаритель), после чего выключите нагрев устройства для введения образца и снимите давление.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Соблюдайте осторожность! Соединители устройства для введения образца могут быть разогретыми настолько, что прикосновение к ним приведет к ожогам.

2) Удалите гайку, прижимающую септу. Если понадобится, воспользуйтесь гаечным ключом ЕСМ7.000.001.

3) Удалите вставку из испарителя пинцетом ЕСМ7.005.001 или подобным ему приспособлением. Соблюдайте осторожность, чтобы не повредить вставку.

4) Возьмите вставку пинцетом и осмотрите ее.

5) Наденьте на вставку уплотнительное кольцо (ЕСМ7.111.016) со смещением от верхнего края, примерно, на 2 -3 мм.

6) Опустите таким образом оснащенную вставку в испаритель для капиллярной колонки (вниз той частью, на которой нет уплотнительного кольца).

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ: Не пытайтесь ввести уплотнительное кольцо или какой-то иной уплотнитель под нижнюю часть вставки. Это приведет к повреждению испарителя для капиллярных колонок и к повреждению вставки.

7) Установите на место гайку, фиксирующую вставку. Затяните гайку пальцами до упора. Не затягивайте избыточно.

См. рисунок 17, приведенный на следующей странице.

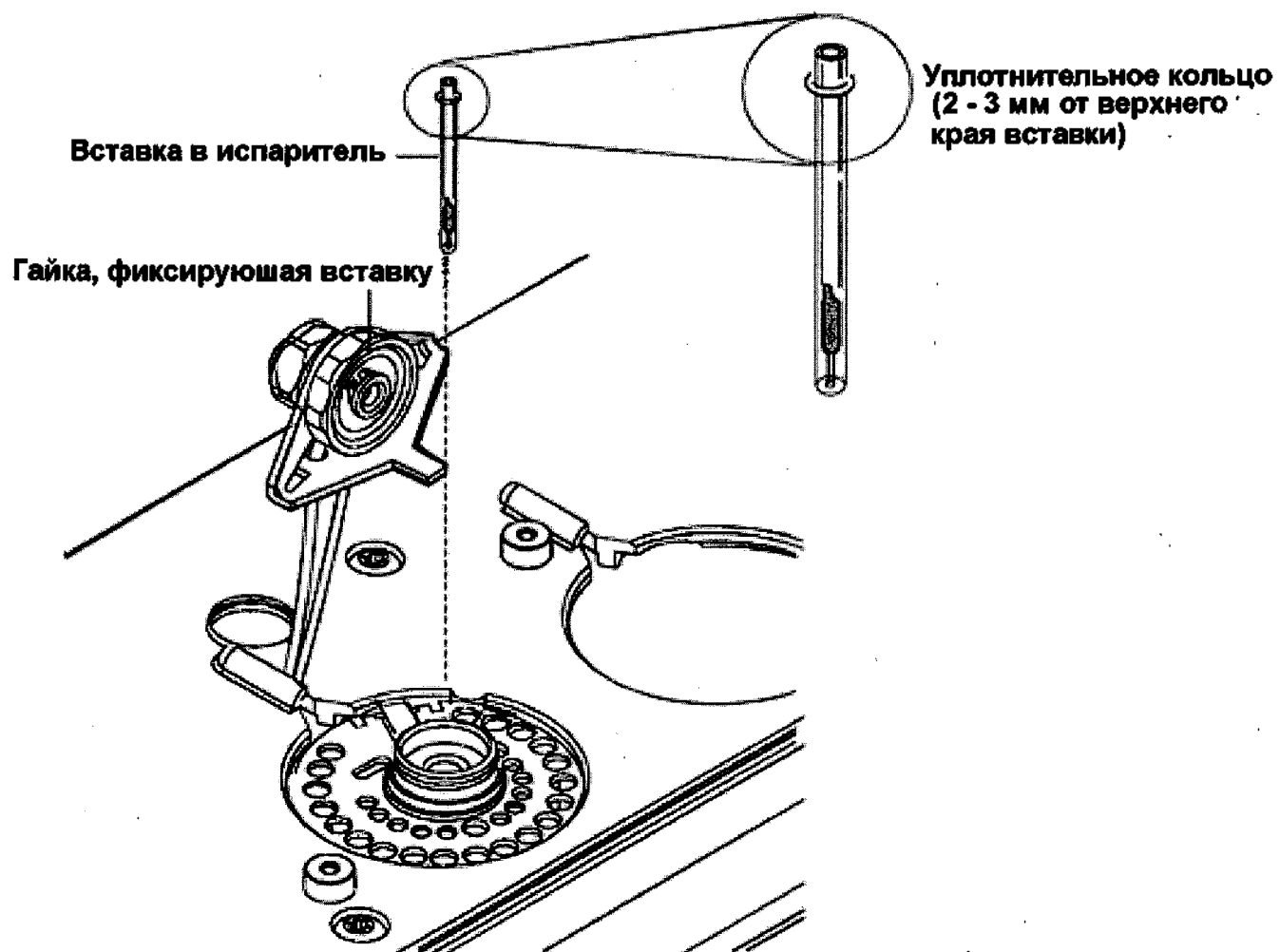


Рисунок 17 – Схема замены вставки в испарителе

Пневматические устройства, обслуживающие работу в режиме деления потока

Жидкий образец вносится в разогретый испаритель для капиллярной колонки и быстро испаряется. Небольшое количество пара проникает в колонку, а остальная (большая) часть пара выходит через канал продувки септы и канал отводимого потока. Отношение потока через колонку к отводимому потоку задается пользователем. Введением с делением потока обычно пользуются при высоких концентрациях веществ в образце (когда допускается потеря большей части образца за счет выноса через канал продувки септы и канал отводимого потока). Кроме того, таким режимом пользуются, когда не удастся разбавить образцы.

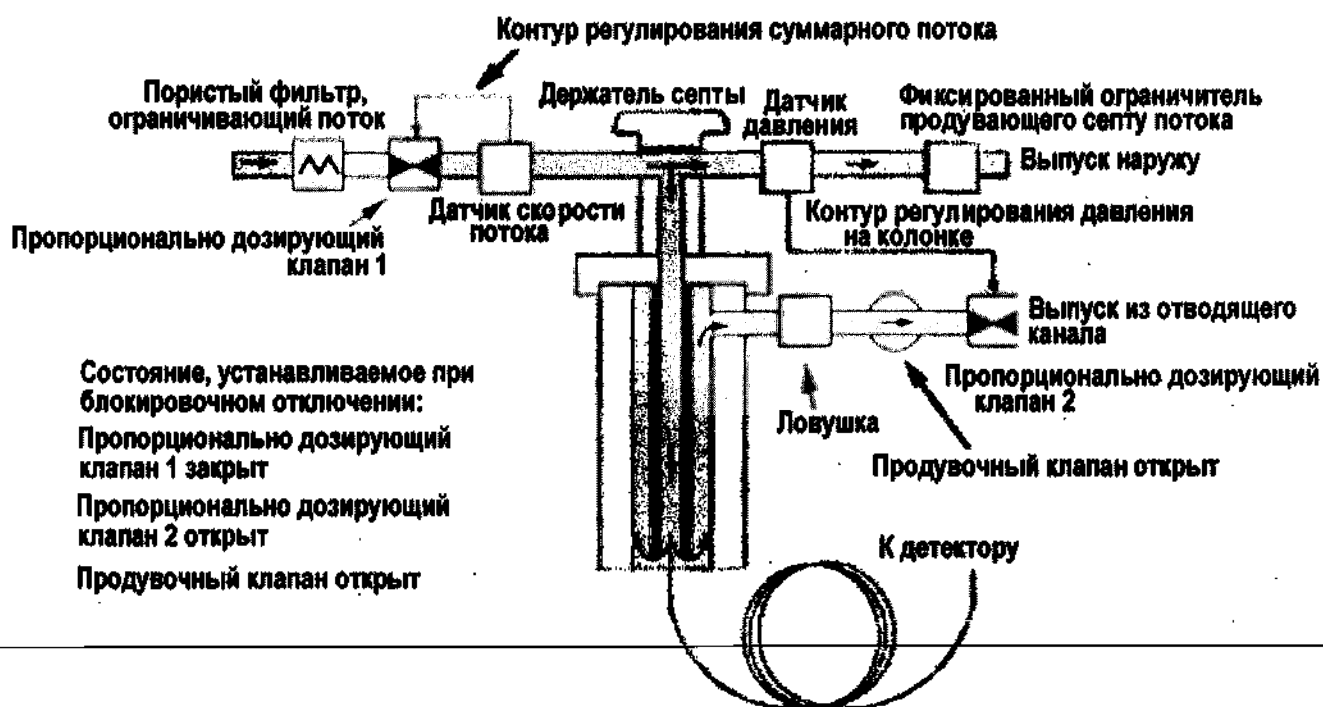


Рисунок 18 – Схема деления потока

Управляющая таблица, соответствующая работе с делением потока

Режим. Текущий рабочий режим: введение с делением потока

Темп (температура). Фактическая и заданная температуры испарителя для капиллярной колонки.

Давл (давление). Фактическое и заданное давления газа на испарителе для капиллярной колонки.

Коэффициент деления потока. Отношение потока через отводящий канал к потоку через колонку. Скорость потока через колонку задается через управляющую таблицу для колонки 1. Если характеристики колонки не указаны, эта строка не появляется.

Скорость потока через отводящий канал. Скорость потока (в мл/мин) через отводящий канал. Если характеристики колонки не указаны, эта строка не появляется.

Суммарная скорость потока. Это суммарная скорость потока через испаритель для капиллярной колонки (поток через отводящий канал + поток через колонку + поток, продувающий прокладку). Когда Вы изменяете суммарную скорость потока, изменяются коэффициент деления потока и скорость потока через отводящий канал, а скорость потока через колонку и давление остаются неизменными.

Процедура: Работа в режиме деления потока при использовании колонкой с указанными характеристиками

- 1) Убедитесь, что правильно указаны тип установленной колонки, вид газ-носителя; правильно составлена программа изменения скорости потока или давления (если такая программа используется). Сведения о способах указаний можно получить обратившись к разделу «Регулирование скоростей потока и давления».
- 2) Нажмите клавишу «Прдн Испар» (передний испаритель).
 - а) Сместите указатель в строку Режим. Нажмите клавишу «Режим». Выберите вариант "с делением потока"
 - б) Укажите нужную температуру испарителя для капиллярной колонки.
 - с) Если требуется обеспечение конкретного коэффициента деления потока, сместите указатель в строку "коэффициент деления потока" и укажите нужный коэффициент. Скорость потока через отводящий канал будет подсчитана самим хроматографом.

Коэффициент деления потока равен отношению Скорости потока через отводящий канал к Скорости потока через колонку

- д) Если Вам требуется конкретная скорость потока через отводящий канал, сместите указатель в строку "скорость потока через отводящий канал" и укажите нужную скорость. Коэффициент деления потока будет подсчитан хроматографом.
- е) Если нужно, включите систему экономии газа. В качестве значения параметра "время включения системы экономии газа" запишите момент, наступающий после введения образца. Перед тем, как ввести образец вручную, нажмите клавишу «Предстарт» (подготовка к разгонке).

Процедура: Работа в режиме деления потока при использовании колонкой, характеристики которой не указаны

- 1) Убедитесь, что правильно указаны тип установленной колонки, вид газ-носителя; правильно составлена программа изменения скорости потока или давления (если такая программа используется). Сведения о способах указаний можно получить обратившись к разделу «Регулирование скоростей потока и давления».
- 2) Нажмите клавишу «Прдн Испар» (передний испаритель).
 - а) Укажите температуру.

- б) Укажите суммарную скорость потока через испаритель для капиллярной колонки.
- с) Воспользовавшись пенно-мыльным измерителем потока, измерьте скорость потока на выходе из отводящего канала.
- д) Из суммарной скорости потока вычтите скорость потока, продувающего септу. Таким образом будет определена скорость потока через колонку.
- е) Подсчитайте коэффициент деления потока. Если понадобится, подрегулируйте.

Коэффициент деления потока равен отношению Скорости потока через отводящий канал к Скорости потока через колонку



Рисунок 19 – Изображение расположения выпуска из канала продувки септы и выпуска из отводящего канала

Введение образца импульсом давления при работе с делением или без деления потока

Для введения импульсом давления, давление на испарителе для капиллярной колонки повышается непосредственно перед началом разгонки и возвращается к обычному после истечения указанного периода времени. Импульс давления выносит пробу (из испарителя) в колонку гораздо быстрее, в результате чего снижается возможность разрушения образца в самом испарителе. Если импульс давления неблагоприятно влияет на эффективность хроматографического разделения, установка пустой предварительной колонки может помочь восстановить хорошую форму пиков.

Когда Вы пользуетесь импульсом давления, перед введением образца вручную необходимо нажать клавишу «Предстарт» (подготовка к разгонке).

После введения образцов импульсом давления, можно пользоваться запрограммированным изменением давления на колонке или скорости потока через колонку. При этом импульс давления обязательно должен предшествовать такому запрограммированному изменению.



Рисунок 20 – График изменения давления при установлении запрограммированного изменения давления

Управляющая таблица, соответствующая введению образца импульсом давления с делением потока

Режим. Текущий рабочий режим: введение импульсом давления с делением потока.

Темп (температура). Фактическая и заданная температуры испарителя для капиллярной колонки.

Давл (давление). Фактическое и заданное давления газа на испарителе для капиллярной колонки. Воздействие импульса давления при указании значения этого параметра игнорируется. Оговоренным уровнем давления определяется исходная точка запрограммированного изменения давления (если такое изменение используется) или определяется сохраняемая во время периода всей разгонки неизменная величина давления.

Давление в момент импульса. То давление на испарителе для капиллярной колонки, которое должно иметься в начале разгонки. Указанный здесь уровень давления устанавливается после нажатия клавиши «Предстарт» (подготовка к разгонке) и остается неизменным до момента, определяемого параметром "время завершения импульса"

Время завершения импульса. В этот (указываемый) момент, давление возвращается к обычному.

Коэффициент деления потока. Отношение потока через отводящий канал к потоку через колонку. Скорость потока через колонку задается через управляющую таблицу для колонки 1. Если характеристики колонки не указаны, эта строка не появляется.

Скорость потока через отводящий канал. Скорость потока (в мл/мин) через отводящий канал и канал, через который выходит продувающий прокладку поток. Если характеристики колонки не указаны, эта строка не появляется.

Суммарная скорость потока. Это суммарная скорость потока через вводящее образцы устройство (поток через отводящий канал + поток через колонку + поток, продувающий септу). Когда Вы изменяете суммарную скорость потока, изменяются коэффициент деления потока и скорость потока через отводящий канал, а скорость

потока через колонку и давление остаются теми же самыми. На время импульса давления, суммарная скорость потока увеличивается (чтобы коэффициент деления потока оставался неизменным).

Процедура: Пользование введением образца импульсом давления с делением потока

- 1) Убедитесь, что правильно указаны тип установленной колонки, вид газ-носителя; правильно составлена программа изменения скорости потока или давления (если такая программа используется). Сведения о способах указаний можно получить, обратившись к разделу «Регулирование скоростей потока и давления».
- 2) Нажмите клавишу «Прдн Испар» (передний испаритель).
 - a) Сместите указатель в строку Режим. Нажмите клавишу «Режим». Выберите вариант "импульсом давления с делением потока".
 - b) Укажите температуру испарителя для капиллярной колонки.
 - c) Введите значения параметров "давление в момент импульса" и "время завершения импульса".
 - d) Если Вам требуется установка конкретного коэффициента деления потока, сместите указатель в строку "коэффициент деления потока" и укажите интересующее число. Скорость потока через отводящий канал будет подсчитана хроматографом (только в том случае, когда указаны характеристики колонки).

Коэффициент деления потока равен отношению Скорости потока через отводящий канал к Скорости потока через колонку

- 3) Если Вам требуется конкретная скорость потока через отводящий канал, сместите указатель в строку "скорость потока через отводящий канал" и укажите нужную скорость. Коэффициент деления потока будет подсчитан хроматографом (только в том случае, когда указаны характеристики колонки).
- 4) Если нужно, включите систему экономии газа. В качестве момента "время включения системы экономии газа" запишите момент, наступающий после времени завершения импульса. Перед тем, как ввести образец, нажмите клавишу «Предстарт» (подготовка к разгонке).
- 5) Перед тем, как ввести образец вручную, нажмите клавишу «Предстарт» (подготовка к разгонке).

Обслуживание испарителя для капиллярной колонки



Рисунок 21 – Схема испарителя для капиллярной колонки

Замена септы

Если имеется утечка из-под септы, Вы наблюдаете такие признаки, как увеличение (смещение) времени удерживания; потеря чувствительности; меньшее давление на колонке (чем обычно). Кроме того, в сигнале масс-селективного детектора становится больше шума.

Срок службы септы зависит от частоты введений образцов, от качества иглы шприца. Наличие заусенцев, острых краев, шероховатых поверхностей на игле сокращают срок службы септы.

Если хроматографом пользуются непрерывно, рекомендуется заменять ее ежедневно.

Допускается использовать только септы, поставляемые компанией ИнтерЛаб. Для заказа необходимо обратиться к компании ИнтерЛаб.

Септам, используемым в испарителе для капиллярных колонок, присвоен номер по каталогу № ECM7.112.003.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Соблюдайте осторожность! Термостат и (или) устройство для введения образца могут быть настолько горячими, что можно получить ожоги

Процедура: Замена септы

Требующиеся материалы и инструмент:

- Перчатки (если устройство для введения образца нагрето; не поставляются в составе хроматографа);
- Новая септа (ЕСМ7.112.003);
- Ключ для удаления гайки, фиксирующей септу (ЕСМ7.000.001)
- Пластиковый или деревянный (не металлический) предмет с острым концом для удаления прокладки из устройства для введения образца;
- Стальная вата (из стали сорта 0 или 00) (использовать при необходимости; не поставляется в составе хроматографа);
- Пинцет (ЕСМ7.005.001);
- Сжатый воздух или азот (без влаги, профильтрованный) (использовать при необходимости; не поставляется в составе хроматографа).



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание получения ожогов перед началом работ по техническому обслуживанию устройства для введения образца в хроматограф дождитесь охлаждения этой зоны прибора.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ при выполнении всех работ по замене расходных материалов пользуйтесь индивидуальными средствами защиты: защитными перчатками (не содержащими талька), защитными очками; носите защитный халат.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ старые (изъятые из прибора) прокладки и мелкие их частицы подлежат немедленному уничтожению.

1) Выполните следующие подготовительные операции:

- а) Если Вы указали хроматографу параметры, которые хотите сохранить для дальнейшего использования, запишите их в память (как определяемые методом).
- б) Охладите термостат до комнатной температуры, после чего его выключите.
- в) Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор (дождитесь ее завершения)
- г) Охладите испаритель для капиллярной колонки до комнатной температуры.
- е) Отключите подачу газа через испаритель для капиллярной колонки.

- f) Если испаритель для капиллярной колонки сильно разогрет, работайте в перчатках (для того чтобы защитить руки от ожогов).
- 2) Удалите гайку, фиксирующую септу. Если эта гайка сильно разогрета или затянута очень туго, воспользуйтесь ключом для ее отвинчивания (гаечным ключом ЕСМ7.000.001). Удалите старую септу. Если септа засела слишком плотно, подцепите ее край остроконечным предметом. Соблюдайте осторожность, чтобы не повредить металл у краев септы. Удалите и уничтожьте все кусочки старой септы.

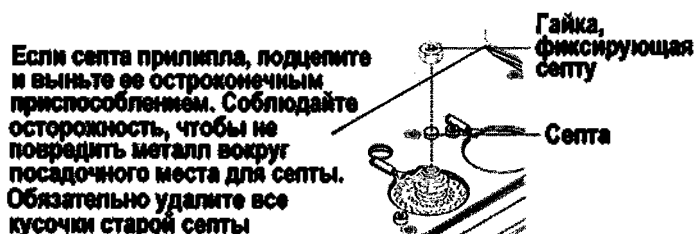


Рисунок 22 – Схема расположения гайки, фиксирующей септу, и септы

- 3) Если остатки старой септы прилипли, захватите пинцетом небольшой комочек скрученной стальной ваты (из стали сорта 0 или 00) и удалите им оставшиеся частицы с фиксирующей гайки и из гнезда под септу. Поток сжатого воздуха или азота сдует оставшиеся частицы стальной ваты и септы.
- 4) С помощью пинцета вложите новую септу. Плотно вдавите ее в гнездо.

Стандартные септа и фиксирующая ее гайка

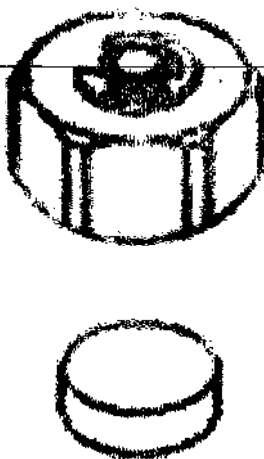


Рисунок 23 – Схематичное изображение стандартной септы и гайки, фиксирующей септу

- 5) Установите на место гайку, фиксирующую септу. Затягивайте гайку пальцами до тех пор, пока заводное кольцо не окажется примерно на 1 мм выше поверхности гайки. Избегайте избыточного затягивания.



Рисунок 24 – Указания по установке гайки, фиксирующей септу

- б) Восстановите обычные рабочие условия прибора. Дождитесь создания нужной степени разрежения в масс-селективном детекторе и выхода его на рабочий режим.

Замена уплотнительного кольца

Вам понадобится заменять уплотнительное кольцо при каждой замене вставки в испарителе для капиллярной колонки камеры или когда это кольцо оказывается настолько изношенным, что из-под него возникает утечка. Для того чтобы убедиться в отсутствии утечек, выполните проверку, описанную в данной части документа позднее.

Уплотнительные кольца содержат пластификаторы, придающие им пластичность. Уплотнение обеспечивается за счет зажима кольца между верхней частью испарителя для капиллярных колонок и корпусом испарителя. При высоких температурах, пластификаторы постепенно выжариваются, из-за чего уплотнительное кольцо становится жестким и уже не способно давать надежное уплотнение. Говорят, что в этом случае уплотнительное кольцо "необратимо спрессовано".

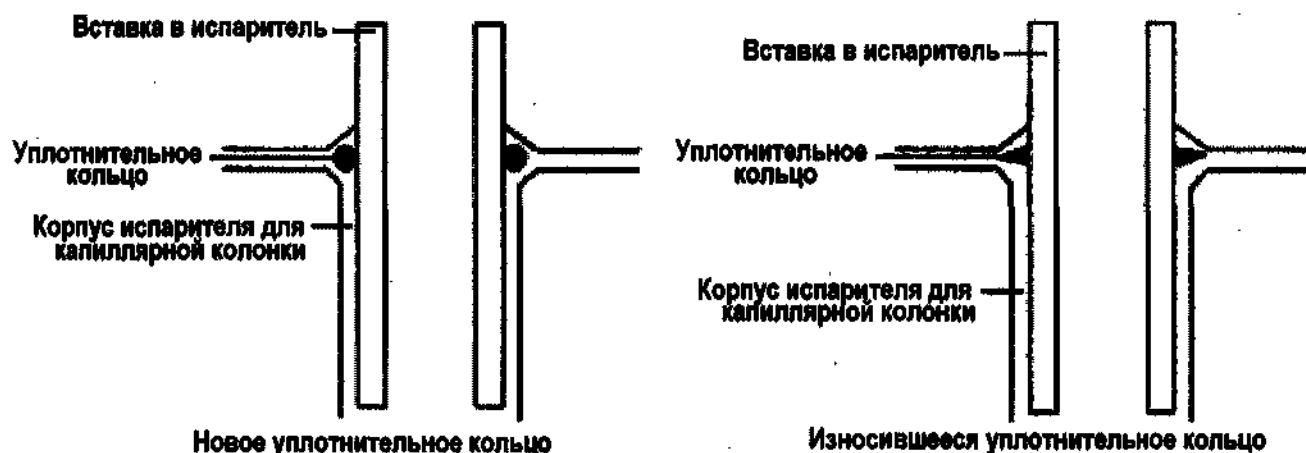


Рисунок 25 – Схематичное изображение нового и изношенного уплотнительного кольца

Уплотнительные кольца, используемые в испарителе для капиллярных колонок:

- Уплотнительное кольцо 1/4 дюйма. Номер по каталогу ECM7.111.016



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Соблюдайте осторожность! Термостат и (или) испаритель для капиллярной колонки могут быть настолько горячими, что можно получить ожоги.

Процедура: Замена уплотнительного кольца и (возможно) вставки в испаритель

Требующиеся материалы и инструмент:

- Перчатки (если испаритель сильно разогрет; не поставляются в составе хроматографа);
- Новое уплотнительное кольцо (ЕСМ7.111.06);
- Новая вставка в испаритель (ЕСМ7.111.003);
- Ключ для удаления гайки, фиксирующей септу (ЕСМ7.000.001);
- Пинцет (ЕСМ7.005.001).



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ при выполнении всех работ по замене расходных материалов пользуйтесь индивидуальными средствами защиты: защитными перчатками (не содержащими талька), защитными очками; носите защитный халат.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ, старые (изъятые из прибора) уплотнительные кольца подлежат немедленному уничтожению.

1) Выполните следующие подготовительные операции:

- а) Если Вы указали хроматографу параметры, которые хотите сохранить для дальнейшего использования, запишите их в память (как определяемые методом);
 - б) Охладите термостат до комнатной температуры, после чего его выключите;
 - в) Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор (дождитесь ее завершения);
 - г) Охладите испаритель для капиллярной колонки до комнатной температуры;
 - д) Отключите подачу газа через испаритель для капиллярной колонки;
 - е) Если испаритель для капиллярной колонки сильно разогрет, работайте в перчатках (чтобы защитить руки от ожогов).
- 2) Найдите гайку, фиксирующую септу. Ослабьте эту гайку (если понадобится, ключом). Поднимите узел с септой вверх без перекосов (чтобы избежать поломки вставки в испаритель).**



Рисунок 26 – Схематичное изображение расположения гайки, фиксирующей септу

- 3) Вы увидите верхнюю часть вставки (с уплотнительным кольцом вокруг нее). С помощью пинцета захватите вставку и вытащите ее наружу. См. рисунок, приведенный ниже.

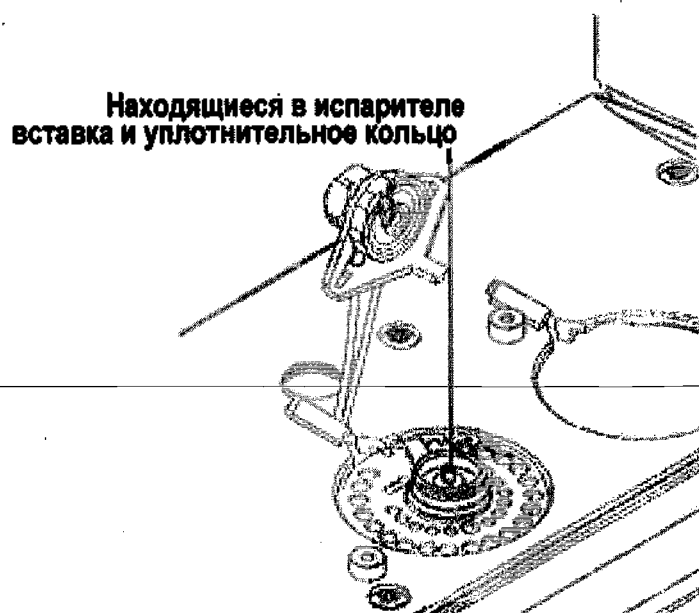


Рисунок 27 – Схематичное изображение вставки и уплотнительного кольца в испарителе

- 4) Осмотрите вставку. Если оказалось, что она очевидно загрязнена, замените ее новой. Старую вставку уничтожьте.
- 5) Замените старое уплотнительное кольцо новым. Старое уплотнительное кольцо уничтожьте.
- 6) Воспользовавшись пинцетом, погрузите вставку обратно в канал испарителя для капиллярной колонки. Установите на место узел с септой; затяните его гайку ключом лишь настолько, насколько необходимо для плотной посадки.

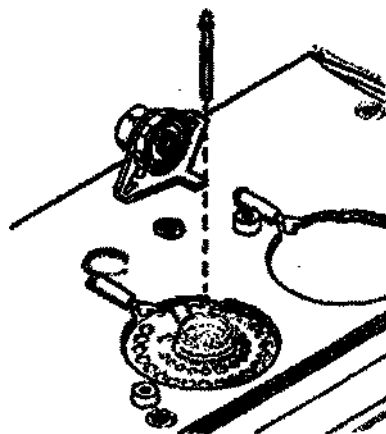


Рисунок 28 – Схематичное изображение установки вставки в канал испарителя

- 7) Верните газовый хроматограф в обычное рабочее состояние. Дождитесь создания нужной степени разрежения в масс-селективном детекторе и выхода его на рабочий режим.

Замена кольцевого уплотнителя, вкладываемого под вставку испарителя

Кольцевой уплотнитель, вкладываемый под вставку, придется заменять при каждом ослаблении затяжки переходника (соответственно, и при каждом удалении переходника). Кроме того, иногда по хроматограмме (например, при появлении пиков-призраков) видно, что этот кольцевой уплотнитель загрязнен и нуждается в замене.

Кольцевому уплотнителю присвоен номер по каталогу № ECM8.190.001.

Вы можете заменить кольцевой уплотнитель, получив доступ из термостата (для чего придется отсоединить колонку).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Соблюдайте осторожность! Термостат и (или) испаритель для капиллярной колонки могут быть настолько горячими, что можно получить ожоги.

Процедура: Замена кольцевого уплотнителя, вкладываемого под испарительную камеру

Требующиеся материалы и инструмент:

- Чистые не оставляющие волокон перчатки, не нейлоновые (в этих перчатках придется работать при обращении с кольцевым уплотнителем, вкладываемым под вставку; не поставляются в составе хроматографа)
- Новый кольцевой уплотнитель, вкладываемый под вставку (ECM8.190.001)
- Новая кольцевая прокладка (ECM7.210.002)
- Гаечный ключ на 1/4 дюйма (ECM7.002.002)
- Гаечный ключ на 1/2 дюйма (ECM7.002.001)

⚠️ ⚠️ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ при выполнении всех работ по замене расходных материалов пользуйтесь индивидуальными средствами защиты: защитными перчатками (не содержащими талька), защитными очками; носите защитный халат.

⚠️ ⚠️ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ старый (изъятый из прибора) уплотнительный диск подлежит немедленному уничтожению.

1) Выполните следующие подготовительные операции:

- а) Если Вы указали хроматографу параметры, хотите сохранить для дальнейшего использования, запишите их в память (как определяемые методом).
- б) Охладите термостат до комнатной температуры, после чего его выключите.
- в) Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор (дождитесь ее завершения)
- г) Охладите испаритель для капиллярной колонки до комнатной температуры.
- е) Отключите подачу газа через испаритель для капиллярной колонки.

2) Отсоедините колонку от испарителя для капиллярной колонки. Заглушите конец колонки, чтобы предотвратить возможность ее загрязнения. Если цокольная часть испарителя для капиллярной колонки закрыта колпачком (внутри которого размещен теплоизолирующий материал), снимите этот колпачок.

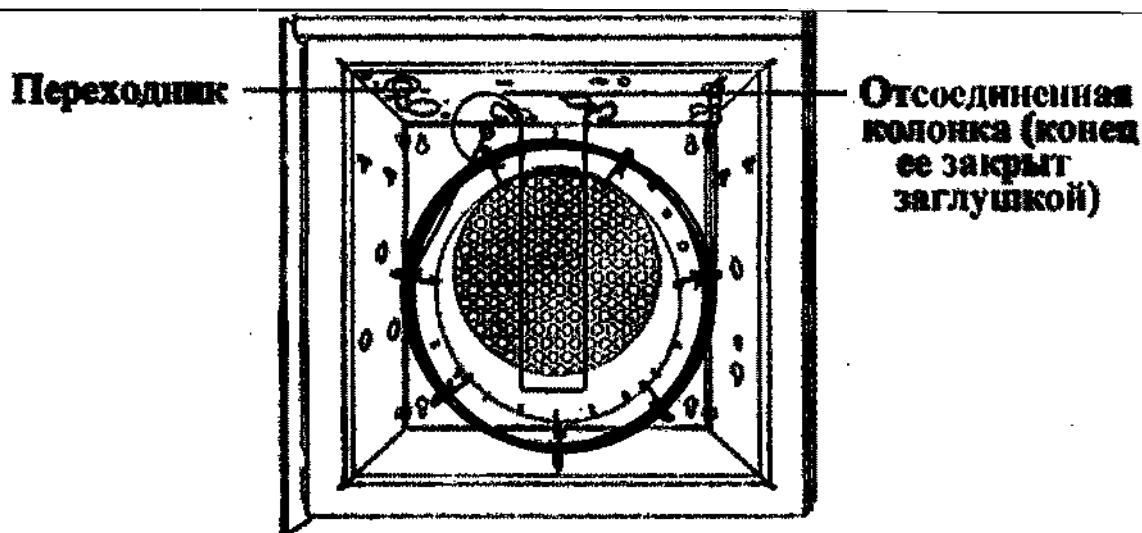


Рисунок 29 – Схематичное изображение капиллярной колонки внутри основного блока хроматографа

3) С помощью гаечного ключа на 1/2 дюйма ослабьте гайку переходника и удалите переходник. Кольцевая прокладка и кольцевой уплотнитель, вкладываемый под вставку, находятся внутри переходника. Удалите их и сразу уничтожьте старый кольцевой уплотнитель. При замене кольцевого уплотнителя есть возможность заменить и кольцевую прокладку.

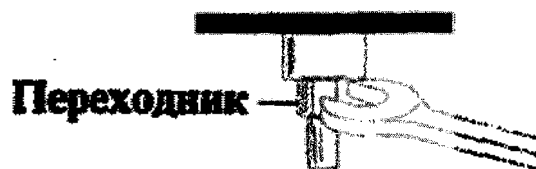


Рисунок 30 – Правильное положение гаечного ключа при ослаблении гайки переходника

- 4) Сперва, в переходник вложите кольцевую прокладку. Затем, на нее наложите кольцевой уплотнитель.

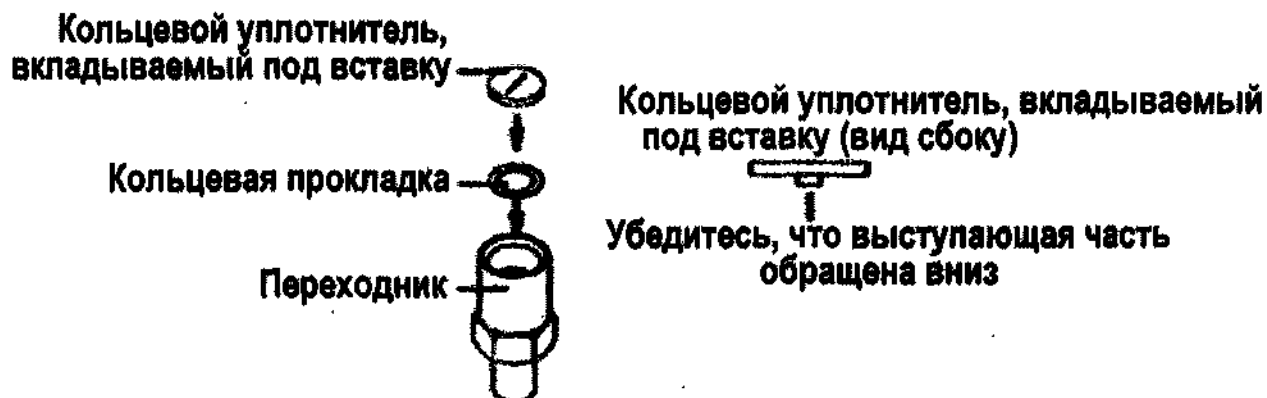


Рисунок 31 – Схематичное расположение кольцевого уплотнителя и кольцевой прокладки относительно переходника

- 5) Установите переходник на место. С помощью гаечного ключа на 1/2 дюйма затяните его гайку. Подключите колонку и установите на место колпачок, в котором размещен теплоизолирующий материал. После того, как колонка подсоединена,
- 6) Вы можете вернуть хроматограф и масс-селективный детектор в обычное рабочее состояние (дождитесь создания в масс-селективном детекторе нужной степени разрежения и выхода его на рабочий режим).

Замена патронного фильтра-ловушки, установленного в отводящий канал

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор. Выключите термостат; выключите нагрев испарителя для капиллярной колонки (в отводящий из этого испарителя канал установлен подлежащий замене фильтр-ловушка). Дождитесь охлаждения. Затем, перекройте подачу газа-носителя.

В фильтре-ловушке могут иметься остатки анализировавшихся образцов или каких-то химических реактивов, вводившихся в хроматограф. При выполнении описанных далее операций (т.е. при замене фильтра-ловушки), соблюдайте соответствующие правила техники безопасности, уместные при обращении с такими веществами.

Допускается устанавливать только патронные фильтры-ловушки,

поставляемые компанией Интерлаб. Для приобретения нового патронного фильтра-ловушки обратитесь к производителю хроматографа.

- 1) Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор. Выключите испаритель для капиллярной колонки и термостат. Дождитесь их охлаждения.
- 2) Перекройте все потоки газов, подаваемых в хроматограф.
- 3) Снимите с хроматографа крышку, закрывающую доступ к узлам пневматической системы.
- 4) Выньте узел с фильтром-ловушкой из установочного кронштейна; разберите узел.

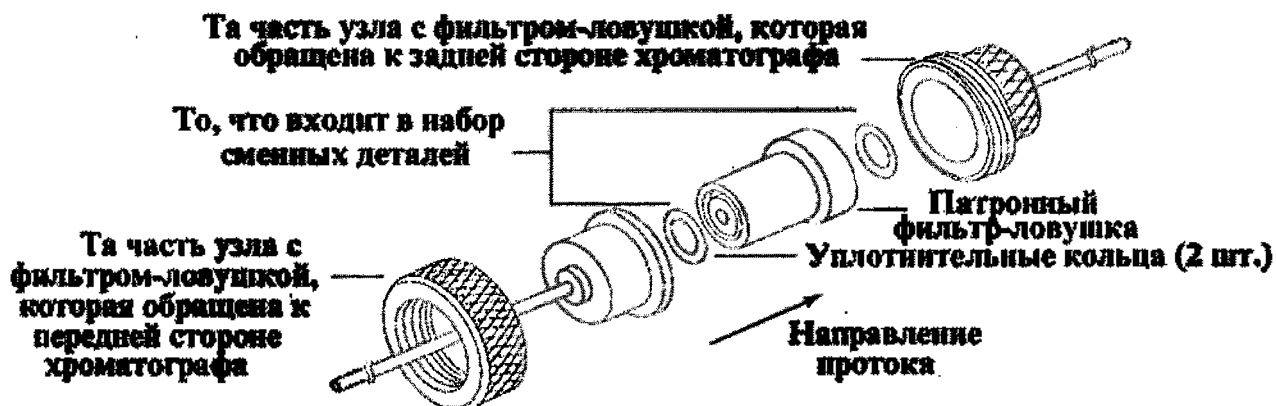


Рисунок 32 – Схематичное изображение узла с фильтром-ловушкой

- 5) Удалите старый патрон фильтра-ловушки и уплотнительные кольца; замените их.
- 6) Соберите узел фильтра-ловушки.
- 7) Убедитесь в отсутствии утечек.

Процедура: Проверка отсутствия утечек из каналов подводки газа

Утечки из канала подводки газа могут существенно повлиять на результаты хроматографического анализа. Описанная здесь процедура дает возможность проверить отсутствие утечек из канала подводки газа вплоть до распределителя газов в устройство для введения образца. Если утечек не обнаруживается, выполните указания приводимых далее подразделов (для проверки отсутствия утечек из распределителя газов в испаритель для капиллярной колонки и из самого этого испарителя).

Пользоваться жидкими течеискателями не рекомендуется (особенно в тех зонах, чистота которых очень важна).

Если Вы все же используете жидкий течеискатель, немедленно сотрите остатки жидкости (для удаления мыльной пленки).



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание опасности поражения электрическим током при пользовании жидким течеискателем, выключите хроматограф и отсоедините от него кабель питания. Соблюдайте осторожность, чтобы раствор жидкого течеискателя не попал на электрические провода (особенно на провода,

ведущие к нагревателю головки детектора).

Требующиеся материалы и инструмент

- Электронный течеискатель или жидкий течеискатель (не поставляется в составе хроматографа). Если Вы пользуетесь жидким течеискателем, сотрите все остатки жидкости после завершения описанной здесь проверки.
- Гаечный ключ на 7/16 дюйма (ЕСМ7.002.003).

- 1) Воспользовавшись течеискателем, проверьте отсутствие утечек из каждого места подсоединения в канале подводки газа.
- 2) Если обнаруживается утечка, затяните соединительную гайку потуже. Заново проверьте место соединения. Продолжайте подтягивать соединительную гайку до тех пор, пока утечка не устранится.

Процедура: Проверка отсутствия утечек из испарителя для капиллярной колонки

В испарителе для капиллярной колонки имеется очень много мест, из которых может возникнуть утечка. Рассматриваемая здесь процедура дает возможность получить ответ на основной вопрос: нет ли недопустимой утечки из такого испарителя. Если наличие утечки подтверждается, следует воспользоваться электронным течеискателем для точного обнаружения места утечки.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Соблюдайте осторожность! Термостат и (или) испаритель для капиллярной колонки могут быть настолько горячими, что можно получить ожоги.

Требующиеся материалы и инструмент:

- Ферула-заглушка (ЕСМ7.050.003)
- Гаечный ключ на 7/16 дюйма (ЕСМ7.002.003)
- Перчатки (если устройство для введения образца нагрето; не поставляется в составе хроматографа)
- Ключ для удаления гайки, фиксирующей септу (ЕСМ7.000.001)
- Гаечный ключ на 9/16 дюйма (ЕСМ7.002.001)
- Гайка-заглушка для соединителя под трубку с диаметром 1/8 дюйма (Не поставляется в составе хроматографа)

1) Выполните следующие подготовительные операции:

- а) Если Вы указали хроматографу параметры, которые хотите сохранить для дальнейшего использования, запишите их в память (как определяемые методом).

б) Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор

- с) Охладите термостат и испаритель для капиллярной колонки до комнатной температуры, после чего термостат выключите.
- д) После охлаждения термостата перекройте подачу газа к испарителю для капиллярной колонки.
- е) Отсоедините колонку от испарителя (если она подключена); канал, к которому подключается колонка, заглушите (для чего вложите в гайку, используемую для подсоединения колонки, ферулу-заглушку).
- ф) Удалите старую септу и замените ее новой. Для получения указаний, см. подраздел "Замена септы". Старую септу уничтожьте.
- г) Осмотрите уплотнительное кольцо и, если оно затвердело, стало хрупким или растрескалось, замените новым. Для получения соответствующих указаний, см. подраздел «Замена уплотнительного кольца и (возможно) вставки в испарителе для капиллярной колонки».

Гайка-заглушка, установленная на соединитель выходного канала, из которого выводится продувающий прокладку поток

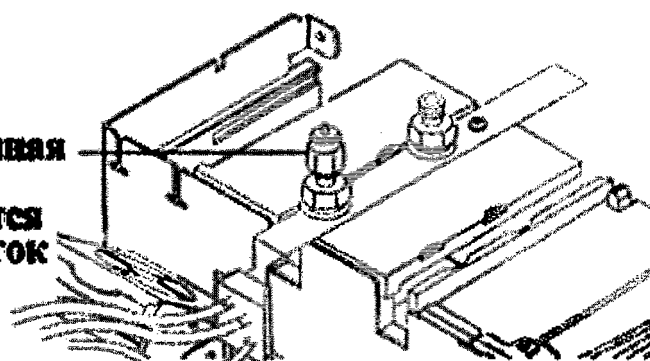


Рисунок 33 – Схематичное изображение расположения гайки-заглушки на выпускном отверстии канала продувки септы

- 2) Соединитель выходного канала, из которого выводится продувающий прокладку поток, заглушите (для чего установите гайку-заглушку для соединителя под трубку с внешним диаметром 1/8 дюйма).
- 3) Установите обычную рабочую температуру термостата.
- 4) В управляющую таблицу, в которой указывается конфигурация колонки, запишите, что длина колонки равна 0.
- 5) Для получения доступа к управляющей таблице, соответствующей испарителю для капиллярной колонки, нажмите клавишу Прдн Испар (передний испаритель).
- а) Задайте испарителю для капиллярной колонки обычную рабочую температуру.
- б) Установите значение давления 1,76 бар либо установите обычное рабочее давление (если такое давление выше). Убедитесь, что давление в канале подводимого к хроматографу газа выше [по меньшей мере] на 0,7 бара.
- с) Суммарную скорость потока установите равной 60 мл/мин.
- д) Убедитесь, что испарителю для капиллярной колонки задан режим работы с делением потока.

- е) Подождите несколько минут (чтобы давление и скорость потока стабилизировались). Если запрошенного давления достигнуть не удастся, это свидетельствует или о большой утечке, или о том, что недостаточно высоко давление в канале подводки газа к хроматографу.
- 6) Через управляющую таблицу отключите либо давление, либо скорость потока. Поскольку заглушки установлены и на выходное отверстие, через которое обеспечивается сброс продувочного прокладку потока, и на то отверстие испарителя для капиллярной колонки, к которому подключается колонка, давление в системе должно оставаться в достаточной степени неизменным.
- 7) Следите за давлением в течение 10 минут. Допустимо падение давления на 0,035 бара (или падение со скоростью 0,0035 бара/мин). При выполнении этого условия можно считать, что утечек из испарителя для капиллярной колонки нет.

Если давление падает быстрее, см. подраздел "Процедура: Устранение утечек".

Процедура: Устранение утечек

Требующиеся материалы и инструмент:

- Электронный течеискатель, подходящий для используемого типа газа (не поставляется в составе хроматографа).
- Инструмент для затягивания деталей испарителя (если выявлена утечка; поставляется в пуско-наладочном комплекте)

1) С помощью течеискателя проверьте все участки испарителя для капиллярной колонки, на которых возможна утечка. Потенциально, возможна утечка из следующих мест:

- а) Из-под выходного соединителя канала, из которого выпускается продувочный септу поток (этот канал закрыт заглушкой)
- б) Из-под закрытого заглушкой места подключения колонки
- в) Из-под септы (или из-под гайки, фиксирующей септу)
- д) Из места подстыковки трубки, подводящей газ, к испарителю для капиллярной колонки (из-под уплотнительного кольца; из-под гайки, фиксирующей узел с септой; из-под уплотнительного диска, вкладываемого под вставку)

2) Если потребуется, устраните утечку благодаря затягиванию соединителя (оказавшегося затянутым не столь плотно) гаечным ключом. Может понадобиться повторение проверки отсутствия утечек.

Если скорость падения давления теперь оказывается не выше 0,0021 бара в минуту, можно считать, что нет утечек из испарителя для капиллярной колонки. Если давление падает быстрее, продолжайте поиск места утечки, постарайтесь утечку устранить и повторите проверку отсутствия утечек. Если утечки из-под всех соединителей не обнаруживаются, но скорость падения давления все еще велика,

может потребоваться замена распределителя газов в испаритель для капиллярной колонки. Свяжитесь с техническим представительством компании ИнтерЛаб.

После завершения поиска мест утечки и устранения обнаруженной утечки, верните основной блок хроматографа в рабочее состояние. Включите масс-селективный детектор, дождитесь создания в нем необходимой степени разрежения и выхода на рабочий режим.

Процедура: Чистка испарителя для капиллярной колонки

Маловероятно, что потребуется частая прочистка испарителя для капиллярной колонки (выполняемая так, как описано далее). Однако остатки вводимых образцов могут постепенно накапливаться внутри такого испарителя. Перед его чисткой, попробуйте заменить загрязненную вставку новой. Если такая замена не приводит к устранению затруднения, выполните чистку.

Требующиеся материалы и инструмент:

- Тонкие ершики для чистки (не поставляются в составе хроматографа)
- Растворитель, способный снять материал, загрязняющий испаритель для капиллярной колонки (не поставляется в составе хроматографа)
- Сжатый (сухой, профильтрованный) воздух или азот

1) Выполните следующие подготовительные операции:

- а) Если Вы задали хроматографу параметры, которые хотите сохранить для дальнейшего использования, запишите их в память (как определяемые методом).
- б) Выполните процедуру запуска воздуха в масс-селективный детектор
- в) Позвольте всем нагреваемым зонам остыть.
- г) Перекройте подачу всех газов к испарителю для капиллярной колонки (в каналах внешней подводки газов к прибору).
- д) Выключите хроматограф и отсоедините от него кабель питания.
- е) Удалите вставку из испарителя для капиллярной колонки.
- ж) Удалите переходник, к которому подключается колонка.
- з) Удалите кольцевой уплотнитель, вкладываемый под вставку испарителя для капиллярных колонок. Для получения соответствующих указаний, см. подраздел "Процедура: Замена кольцевого уплотнителя, вкладываемого под вставку испарителя для капиллярных колонок».

2) Воспользовавшись подходящим источником света (фонариком), подсветите внутренний канал испарителя со стороны термостата (просматривайте стенки канала глядя сверху, со стороны верхней крышки прибора). Если имеются какие-то загрязняющие отложения, они будут заметны. Введите ершик в канал испарителя. Тщательно прочистите внутреннюю стенку канала для удаления всех загрязняющих отложений.

- 3) Для удаления налипших загрязняющих частиц, воспользуйтесь сильной струей сжатого воздуха или азота.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! При продувке канала сжатым газом носите защитные очки (для предотвращения возможности попадания частиц в глаза).

- 4) Соберите испаритель для капиллярной колонки. На этом этапе, придется заменить кольцевой уплотнитель, вкладываемый под испарительную камеру, новым. Установите на место колонку. Включите основной блок хроматографа и верните его в обычное рабочее состояние. Установите требуемую степень разрежения в масс-селективном детекторе и дождитесь выхода его на рабочий режим.

Установка основного блока хроматографа

Установку основного блока хроматографа необходимо выполнить до установки масс-селективного детектора. После завершения установки основного блока хроматографа нужно установить устройство автоматического ввода на 16 жидких проб. Лишь после этого можно будет приступить к выполнению операций по установке и масс-селективного детектора.

Контрольный перечень, помогающий проверить подготовленность места

Приспособления, принадлежности и инструмент, требующиеся для установки

Перед тем, как приступить к установке, убедитесь в наличии всего перечисленного ниже.

- Гаечные ключи

- Один ключ на 5/16 дюйма (ЕСМ7.002.002)
- Один ключ на 3/8 дюйма (ЕСМ7.002.003)
- Один ключ на 7/16 дюйма (ЕСМ7.002.003)
- Один ключ на 9/16 дюйма (ЕСМ7.002.001)

- Отвертки

- Т10х80 мм отвертка (ЕСМ7.001.001)
- Т20х120 мм отвертка (ЕСМ7.001.002)

- Трубки

- Медная трубка с внешним диаметром 1/8 дюйма [ЕСМ5.120.001] (или 1/4 дюйма, если источник газа удален от хроматографа на расстояние более 4,6 м)

- Соединители

- Гайки, феррулы для трубки с внешним диаметром 1/8 дюйма (ЕСМ7.050.003)
- Тройники для трубок с внешним диаметром 1/8 дюйма (ЕСМ7.266.001)

Установка основного блока хроматографа

В этом подразделе приводятся указания по установке основного блока хроматографа.

Большинство установочных работ сводится к подсоединению трубок к баллонам с газом; к подключению трубок к соединителям пневматических узлов, расположенных на задней стенке основного блока хроматографа.

Предполагается, что для подключения к каждому источнику газа потребуется

менее 4,6 м трубки с диаметром 1,8 дюйма. Если же хроматограф удален от источников газа на гораздо большее расстояние, потребуются трубка с диаметром 1/4 дюйма и соответствующие переходники (к трубке с диаметром 1/4 дюйма).

Этап 1. Распаковка основного блока хроматографа

- 1) Осмотрите транспортировочную тару для того чтобы выявить возможные признаки повреждения. Если обнаруживаются признаки повреждения или небрежного отношения с коробками, немедленно уведомите об этом доставщика и местное представительство компании ИнтерЛаб.

Сохраните все транспортировочные материалы для предъявления доставщику.

- 2) Проверьте соответствие содержимого упаковочным листам. Если обнаруживается какое-то расхождение, немедленно оповестите об этом местное представительство компании ИнтерЛаб.

Транспортировочную тару требуется сохранить. Она может понадобиться для перевозки прибора в другое место. Кроме того, хроматограф придется упаковывать (после завершения его срока службы) для отправки в место утилизации.

Этап 2. Установка основного блока хроматографа на рабочий стол

Под хроматограф нужен стол, способный выдержать вес прибора и всего сопутствующего оборудования. Над хроматографом не должно быть навесных полок или иных предметов, способных помешать охлаждению и ограничить доступ к верхней части прибора.

Ширина всей системы (масс-селективный детектор; основной блок хроматографа; устройство автоматического ввода на 16 жидких проб) составляет около 120 см. Для доступа к блокам понадобится около 200 см горизонтальной поверхности. Для выполнения некоторых ремонтных работ необходим доступ к прибору и с задней его стороны. Рекомендуются наличие свободного пространства (за прибором) около 70 см. Допустимый зазор между задней стенкой и стеной – не менее 30 см; между боковыми стенками и стеной – не менее 5 см.

 **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!** Оборудование должно быть размещено таким образом, чтобы в любой момент можно было беспрепятственно его отключить от сетевого питания.

Необходимо наличие не менее 5 сетевых розеток европейского типа (оснащенных заземляющим контактом).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Будьте осторожны при попытках поднять основной блок хроматографа. Из-за большого веса поднимать его должны двое. При перемещении или переноске не забывайте, что задняя часть основного блока хроматографа тяжелее передней.

- 1) Выньте основной блок хроматографа из транспортировочной коробки.
- 2) Установите основной блок хроматографа на лабораторный стол. Убедитесь в том, что обеспечивается доступ к источникам газов и к электрическим розеткам. Все вспомогательное оборудование должно быть размещено максимально близко к основному блоку хроматографа.

Этап 3. Включение питания

После включения основным блоком хроматографа автоматически выполняется программа самоконтроля (благодаря чему ещё до завершения всех установочных работ гарантируется, что все электронные схемы прибора работают правильно).

- 1) Убедитесь, что выключатель питания находится в выключающем положении (клавиша не вдавлена).
- 2) Подсоедините кабель питания к правой боковой стенке основного блока хроматографа. Вилку этого кабеля подключите к сетевой розетке. Затем включите основной блок хроматографа.

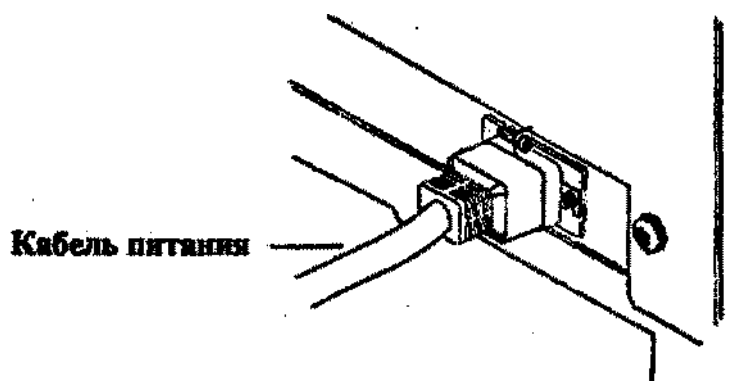


Рисунок 34 – Схематичное изображение подключения кабеля питания к соответствующему разъему на основном блоке хроматографа

- 3) Хроматографом автоматически будет выполнена программа самоконтроля.

Чтобы убедиться в удовлетворительности результатов этой проверки, дождитесь завершения проверки. На цифровом индикаторе должно появиться сообщение:



Рисунок 35 – Внешний вид цифрового индикатора на основном блоке хроматографа после включения и успешного прохождения программы самоконтроля

Если такого сообщения не появилось, выключите основной блок хроматографа и свяжитесь с техническим представительством компании Интерлаб.

Этап 4. Подсоединение трубки, подводящей гелий, к источнику газа

Требующиеся детали и приспособления:

- Медная трубка с внешним диаметром 1/8 дюйма (ЕСМ5.120.001)
- Резак для трубок (ЕСМ7.003.001)
- Гайка и ферула под трубку с внешним диаметром 1/8 дюйма (ЕСМ7.050.003))
- Гаечный ключ на 7/16 дюйма (ЕСМ7.002.003)

- 1) Перекройте все каналы подачи газов (на источниках газов). Определите длину трубок, нужную для подводки газов к соединителям, расположенным на задней стенке основного блока хроматографа. При этом учтите необходимость размещения всех ловушек и тройников, которые могут понадобиться.
- 2) Обрежьте трубку до нужной длины (настоятельно рекомендуется пользоваться специальным приспособлением, показанным ниже).

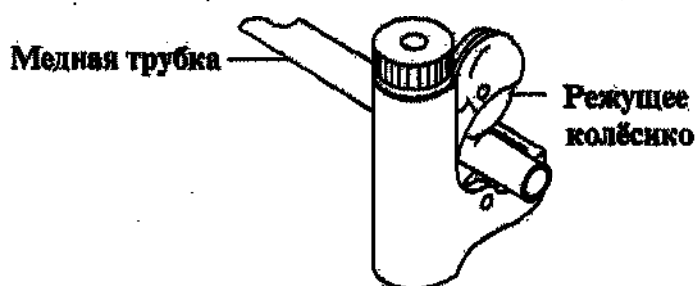


Рисунок 36 – Схематичное изображение правильного расположения обрезаемой трубки в резак для трубок

- 3) С помощью гайки и ферулы, подсоедините трубку с диаметром 1/8 дюйма к источнику газа.

Этап 5.. Подсоединение трубки, подводящей гелий, к входному соединителю испарителя для капиллярной колонки

Состыкуйте трубку, подводящую газ-носитель (гелий) ко входному соединителю испарителя для капиллярной колонки (этот соединитель расположен на задней стенке основного блока хроматографа).

Требующиеся детали и приспособления:

- Медная трубка с внешним диаметром 1/8 дюйма (ЕСМ5.120.001)
- Гайка с ферулой под трубку с диаметром 1/8 дюйма (ЕСМ7.050.003)
- Гаечный ключа на 7/16 дюйма (ЕСМ7.002.003)

- 1) Перекройте подачу газа-носителя (от источника газа).
- 2) С помощью гайки и феррулы под трубку с диаметром 1/8 дюйма, подсоедините трубку, подводящую гелий, ко входному соединителю испарителя для капиллярной колонки (этот соединитель находится на задней

стенке основного блока хроматографа).

Этап 6. Проверка отсутствия утечек

Пользоваться жидкими течеискателями не рекомендуется (особенно в тех зонах, где очень важно сохранение чистоты). Если же Вы все же пользуетесь жидким течеискателем, сразу же сотрите всю жидкость, оставшуюся от мыльных пленок.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Во избежание опасности поражения электрическим током при пользовании жидким течеискателем, выключите основной блок хроматографа и отсоедините кабель его питания от сетевой розетки. Соблюдайте осторожность, чтобы раствор жидкости не попал на электрические провода.

Требующиеся приспособления и материалы:

- Электронный течеискатель (пользование именно таким течеискателем рекомендуется)
- Жидкий течеискатель (если нет электронного)

- 1) Убедитесь, что выходной канал испарителя для капиллярной колонки закрыт заглушкой. Установите давление на выходе из источника гелия (обычно, на выходе из баллона) равным (примерно) 3,5 бара.
- 2) С помощью течеискателя, убедитесь в отсутствии утечек из-под соединителя.
- 3) Если обнаруживается утечка, затяните гайку потуже. Заново проверьте отсутствие утечек. Продолжайте понемногу затягивать гайку до тех пор, пока утечка не устранится.
- 4) Перекройте подачу гелия. На этом этапе установку основного блока хроматографа можно закончить и перейти к установке устройства автоматического ввода на 16 жидких проб.

Установка устройства автоматического ввода на 16 жидких проб

- 1) Распакуйте устройство для автоматического ввода. Коробку, в которую был вложено это устройство, сохраните. Она пригодится при необходимости перевозки прибора в другое место и для отправки устройства автоматического ввода в место уничтожения при необходимости утилизации всей хроматографической системы.
- 2) В устройство для автоматического ввода установите присланную с ним поворотную подставку.
- 3) Ввинтите присланный установочный штырь в гнездо, расположенное рядом с испарителем для капиллярной колонки (так, как показано на рисунке, приведенном на следующей странице).



Рисунок 37 – Изображение правильного положения установочного штыря для устройства автоматического ввода на 16 жидких проб

- 4) Насадите устройство для автоматического ввода на 16 жидких проб на этот установочный штырь. Лапка устанавливаемого устройства войдет в предназначенное под нее гнездо. Устройство для автоматического ввода на 16 жидких проб окажется правильно сориентированным относительно испарителя для капиллярной колонки.

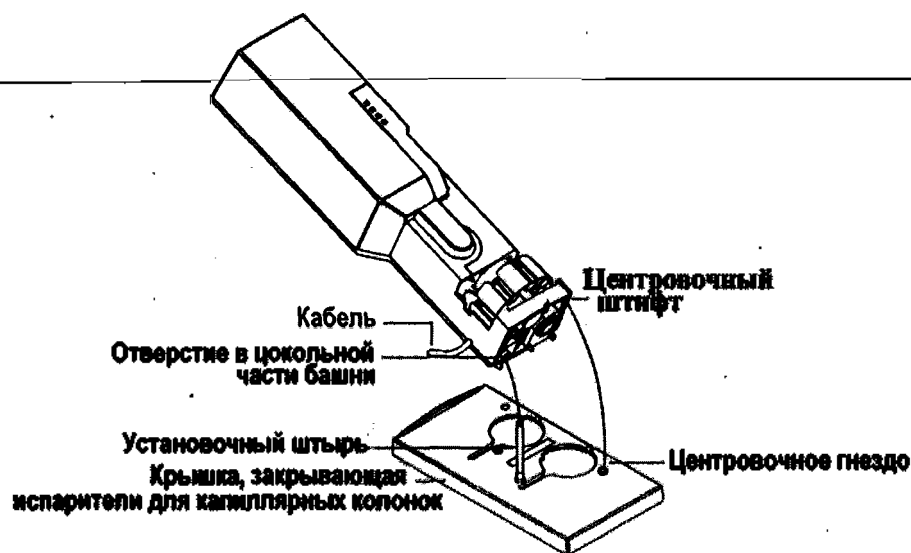


Рисунок 38 – Схематичное изображение установки устройства автоматического ввода на 16 жидких проб поверх испарителя на основном блоке хроматографа

ПРИМЕЧАНИЕ: Приведенный выше рисунок поясняет способ установки устройства автоматического ввода на 16 жидких проб. Показаны места установки двух испарителей для капиллярных колонок. В хроматографе имеется только первый испаритель (передний). Приведенный рисунок технически правилен. Установка выполняется указанным образом.

- 5) Кабель, ведущий от устройства автоматического ввода на 16 жидких проб, подсоедините к верхнему разъему на основном блоке хроматографа.

- Разъем, используемый для связи с устройством автоматического ввода 16 жидких проб
- Разъем, используемый для связи с компьютером
- Разъем для подключения кабеля, используемого для передачи сигналов и команд дистанционного управления

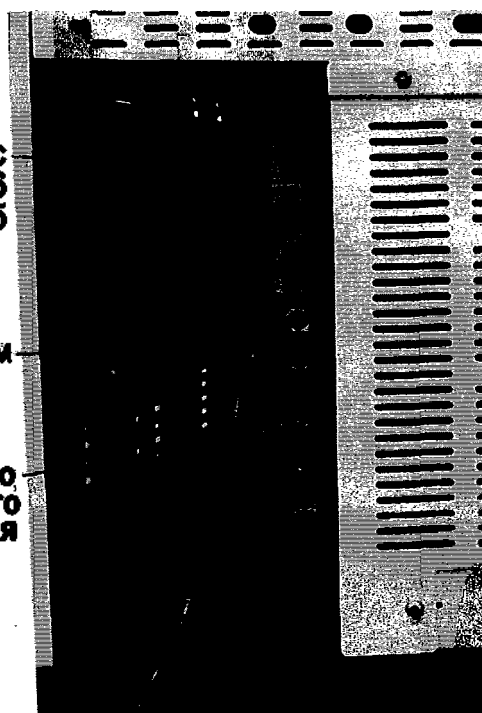


Рисунок 39 – Изображение разъемов на задней стенке основного блока хроматографа

- 6) Установите шприц (ЕСМ7.125.003) так, как показано на рисунке, приведенном ниже.

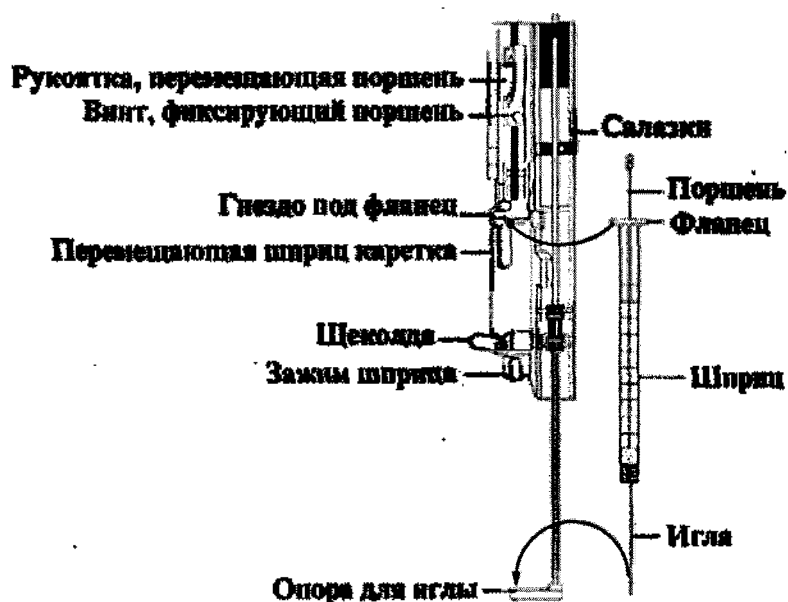


Рисунок 40 – Схематичное изображение установки шприца для ручного ввода в устройство автоматического ввода на 16 жидких проб

Масс-селективный детектор

Введение. Краткое ознакомление с принципом работы масс-селективного детектора

Приводимым далее текстом проясняется принцип работы 1-квадрупольных масс-селективных детекторов. Капиллярная колонка подключена к интерфейсу, дающему возможность перехода от атмосферного давления в зону с высокой степенью разрежения. Все масс-селективные детекторы оснащены специальной камерой анализатора, в которой создается вакуум. В этой камере находятся источник ионов; элементы электронной оптической системы, способствующей формированию и направлению пуска ионов; квадрупольный фильтр для масс и регистратор. Высокая степень разрежения необходима для беспрепятственного прохождения ионов (столкновение которых с молекулами газа приводило бы к торможению и разрушению [распаду на фрагменты]).

Как известно, хроматографическая колонка обеспечивает разделение образца (смеси химических соединений) на составляющие компоненты (индивидуальные вещества). Масс-селективный детектор, в свою очередь, ответственен за разделение по массам (отношениям массы к заряду). Получение сведений о массах необходимо для решения главной задачи: полного опознания разделенных хроматографом веществ.

Ниже показана обобщенная схема 1-квадрупольного масс-селективного детектора.

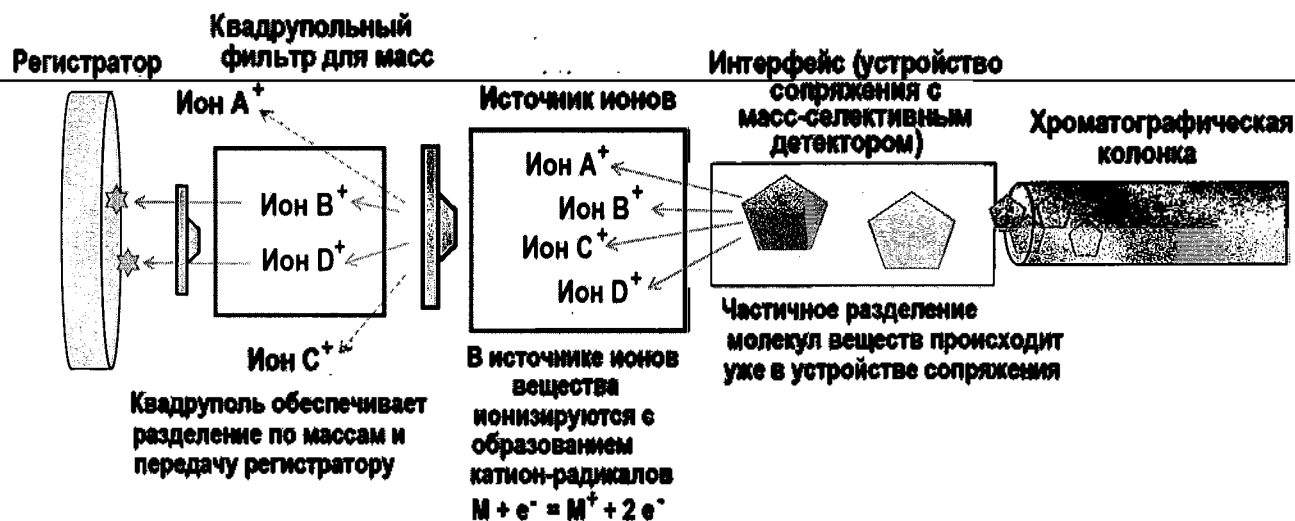


Рисунок 41 – Обобщенная схема масс-селективного детектора

Ионизация в источнике ионов происходит в фазе газа-носителя (гелия). Самым популярным методом ионизации является ионизация электронами, испускаемыми нитью накала. Одной из главных заслуг данного метода явилась возможность создания большой базы масс-спектральных данных о веществах (библиотек масс-спектрограмм сотен тысяч химических соединений). Стабильность результатов такого метода ионизации и высокий уровень международной стандартизации, достигнутый за десятилетия разработки масс-спектрометров, привели к тому, что

масс-спектры одних и тех же веществ, зарегистрированные приборами разных типов и фирм, оказались настолько близкими друг к другу, что обработка информации компьютером дает возможность (при наличии специализированных покупных библиотек) безошибочно опознавать вещества по получаемым масс-спектрограммам.

Сформированный с помощью электронной оптической системы пучок ионов фокусируется и направляется в квадрупольный фильтр для масс с помощью небольшого ускоряющего напряжения (- 3 В). Квадрупольный фильтр (часто называемый просто "квадруполем") показан ниже.

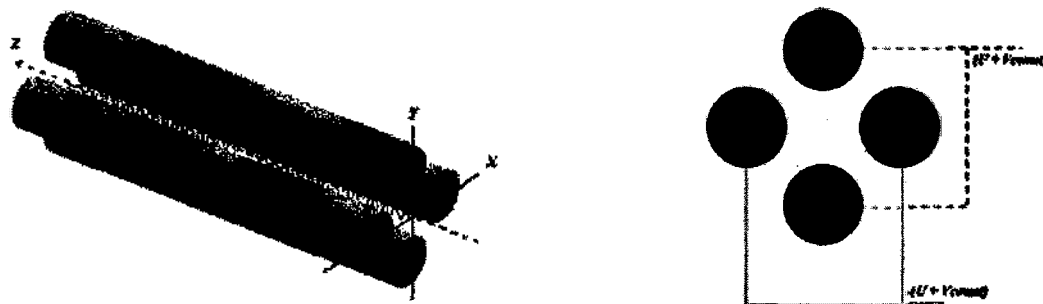


Рисунок 42 – Изображение квадрупольного фильтра (квадруполя)

Квадрупольный фильтр относится к анализаторам динамического типа и состоит из 4 параллельных стержней с гиперболическим или круглым сечением. Противоположные стержни электрически соединены и находятся под напряжением, складывающимся из компоненты постоянного напряжения (U) и высокочастотного напряжения ($V \cos \omega t$). Ко второй паре стержней подводится равная по величине (но противоположная по знаку) компонента постоянного напряжения, а высокочастотная составляющая сдвинута по фазе на 180° .

Разделение ионов по соотношениям массы к зарядам обеспечивается благодаря тому, что при прохождении ионов через зону постоянного и переменного электрических полей часть ионов имеет лишь ограниченную амплитуду колебаний, в то время как амплитуда другой части ионов (обладающих иной массой) неограниченно возрастает со временем. Ионы с ограниченной амплитудой колебаний проходят на регистратор и их интенсивность (ионный ток) регистрируется в виде пипка. Ионы с нестабильными траекториями попадают (в конечном счете) на стержни квадруполя и до регистратора не доходят. Перестройка полосы пропускания по массам осуществляется (как правило) линейно изменяющимися амплитудами напряжений на стержнях квадруполя. Способность ионов к движению в поле квадруполя описывается уравнением Матье (см. рисунок 43). Показано, что за счет изменения отношения U/V можно изменять наклон прямой, изменяющей картину стабильности. По этой причине, уравнение Матье часто называют уравнением стабильности. Наклон прямой изменяет величину отсекаемой области пиков (на приведенном далее рисунке это показано для ионов с отношениями массы к заряду (m/z) 28, 69 и 219. Т.е. реализуется возможность изменять соотношение между шириной пиков и ионным током. При увеличении крутизны наклона прямой можно повысить разрешающую способность по массам (за счет того, что пики оказываются более узкими), но при этом существенно падает чувствительность. Поэтому, настройку работы масс-селективного детектора производят таким образом, чтобы получать пики с приблизительно равной шириной

во всем регистрируемом диапазоне масс.

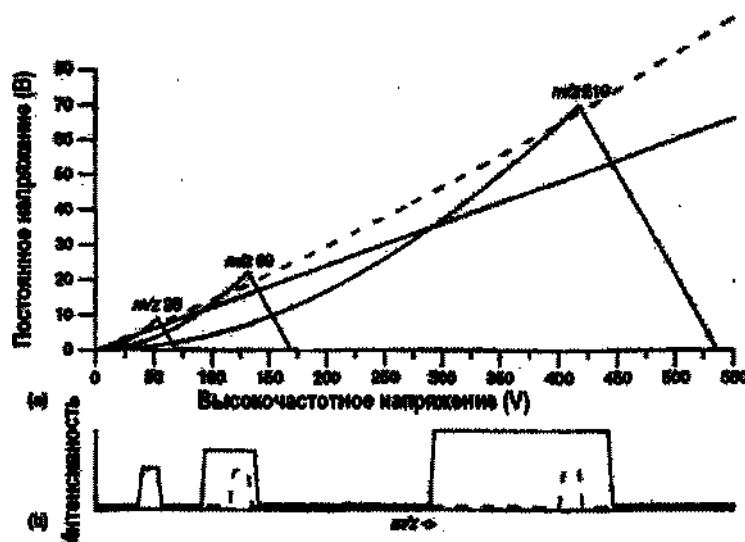


Рисунок 43 – Зависимость ширины пиков отношения массы к заряду от величины отношения постоянного напряжения к высокочастотному напряжению

Если на стержни подавать только переменное напряжение, диапазон масс, проходящих через квадруполь, окажется максимально широким.

Одним из преимуществ квадрупольного фильтра для масс является большой динамический диапазон регистрации тока ионов, который ограничен только техническими характеристиками источника ионов и регистратора. Влияние пространственного заряда в таких системах не приводит к затруднениям. Достаточно высокая скорость сканирования делает такие системы широко используемыми в лабораториях, занимающихся быстрым поисковым анализом. Реализуются разные режимы регистрации ионов.

В частности, обнаружение ионов можно производить в режиме сканирования во всем спектральном диапазоне, или в режиме регистрации индивидуальных ионов (обозначаемом сокращением SIM, образованным от слов Select Ion Monitoring). Режим сканирования дает возможность последовательной регистрации всех имеющихся ионов в заданном диапазоне масс. Этот подход является оптимальным в целях качественного анализа, поскольку после получения масс-хроматограмм, зарегистрированных по полному ионному току, возможно считывание масс-спектрограмм из каждой точки таких хроматограмм.

Современные методы высокоэффективной газовой хроматографии (с разделением на капиллярных колонках) дают возможность выполнять очень быстрые анализы. Поэтому скорость сканирования выбранного диапазона масс должна быть очень большой. Но чувствительность регистрации зависит от продолжительности слежения за каждой массой. Поэтому, сканирование никогда не сопровождается линейным изменением, а только ступенчатым.

См. рисунок 44. От величины каждой из ступенек (т.е. от задержки на период регистрации) зависит получаемая чувствительность.

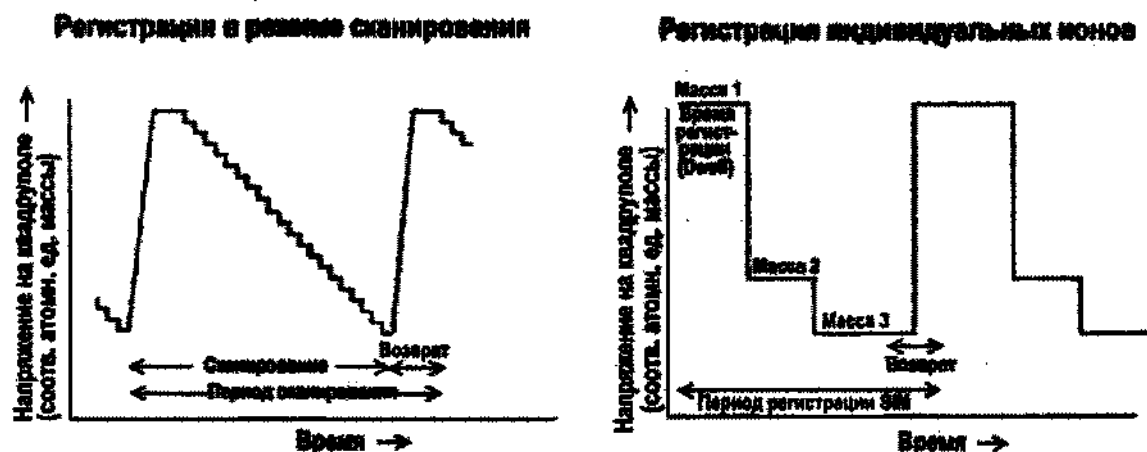


Рисунок 44 – Временная зависимость напряжения на квадруполе в режиме регистрации индивидуальных ионов и в режиме сканирования

Величина задержки на период регистрации (Dwell Time) будет часто упоминаться в данном документе. Из показанного выше рисунка очевидно, что метод сканирования в полном спектральном диапазоне хорошо подходит для качественного анализа или для количественного анализа веществ, имеющих высокую концентрацию. Если же требуется количественный анализ следовых количеств химических соединений, пригоден только режим регистрации индивидуальных ионов (SIM), когда продолжительность задержки на период регистрации может быть максимально высокой.

В режиме сканирования удастся регистрировать концентрации на уровне нанограммов; в режиме SIM - на уровне миллиардных долей (пикограммов вещества в 1 микролитре аликвотного количества пробы). В последнем случае, регистрируются только интересующие ионы (с соотношением массы к заряду, выбранным пользователем). Чем меньше интересующих химических соединений, тем больше может быть величина задержки на период регистрации (тем больше может быть зарегистрированное количество масс-спектрограмм для одного и того же вещества [а усреднение спектрограмм повышает чувствительность и отношение сигнала к шуму]). Таким образом, режим регистрации индивидуальных ионов (SIM) прекрасно подходит для обнаружения следовых количеств и является полностью количественным методом анализа.

Основные узлы масс-селективный детектора

Часть основных узлов масс-селективного детектора показана на рисунке 45.

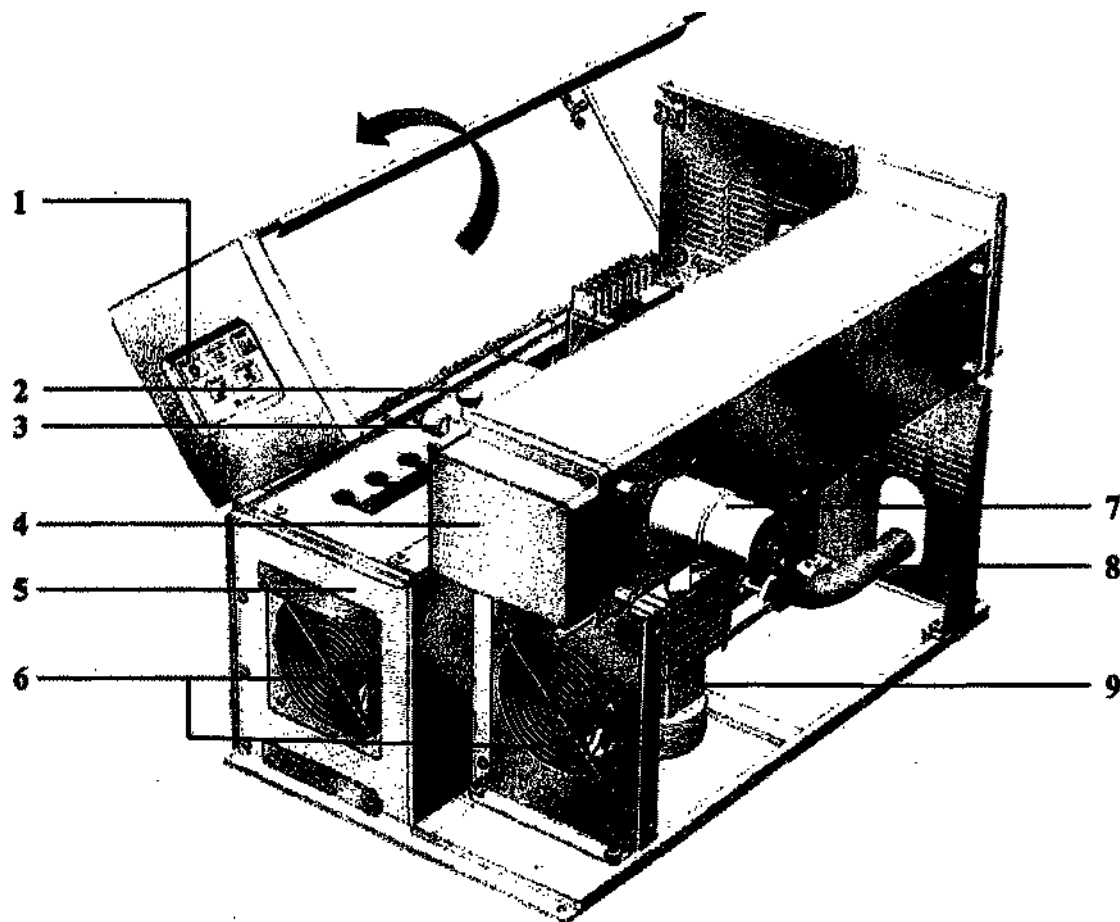


Рисунок 45 – Основные узлы масс-селективного детектора: 1 - жидкокристаллический экран с сенсорными клавишами; 2 - вентиль для запуска воздуха в камеру анализатора; 3 - тестовый клапан (вводящий стандарт для калибровки шкалы масс); 4 - вакуумная камера; 5 - блок с электронными схемами; 6 - вентиляторы (слева - тот, который обслуживает охлаждение блока с электронными схемами; справа - который обеспечивает охлаждение насоса, создающего высокую степень разрежения); 7 - интерфейс для соединения с хроматографом; 8 - вакуумный шланг, ведущий к форвакуумному насосу (этот насос здесь не показан); 9 - насос, создающий высокую степень разрежения (здесь показан диффузионный насос)

Прочие основные узлы масс-селективного детектора, показаны на рисунке 46.

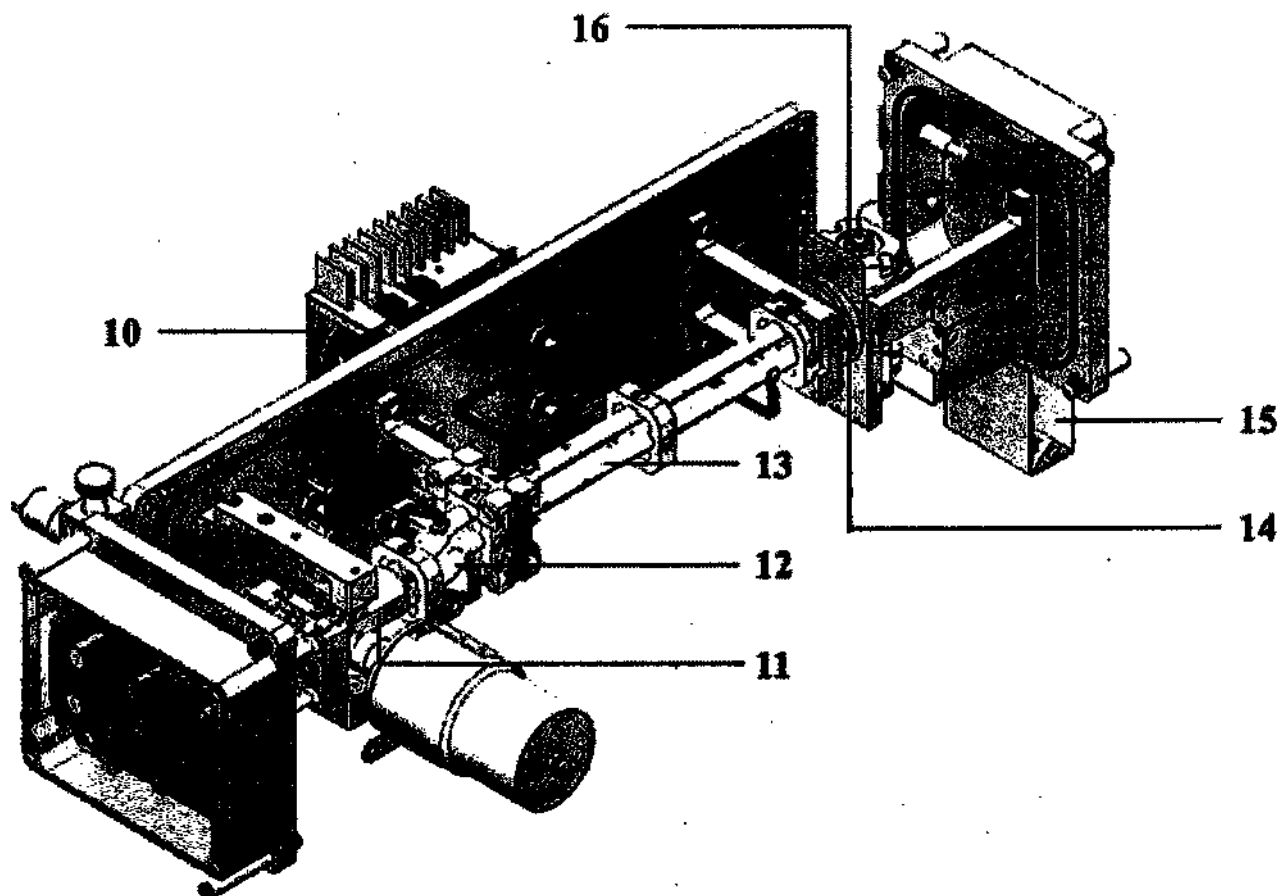


Рисунок 46 – Внутренние основные узлы масс-селективного детектора: 10 - высокочастотный генератор; 11 - источник ионов; 12 - запатентованный S-образный фильтр; 13 - квадруполь; 14 - выходная оптическая система; 15 - предварительный усилитель; 16 – регистратор

Вакуумная система

Вакуумная система обеспечивает создание степени разряжения около 10^{-5} мм рт.ст. в камере анализатора. Вакуум создает идеально чистую среду, нужную для реализации электрохимических и электрофизических процессов, дающих возможность изучения свойств и состава интересующих химических соединений. Основными компонентами вакуумной системы являются:

- Вакуумная камера (1501.02.00.00/M1. C0.000);
- Датчик степени разряжения, создаваемой форвакуумным насосом;
- Форвакуумный насос (VRD-4);
- Насос, создающий высокую степень разрежения (в данном случае, турбомолекулярный [#B8G250101]).

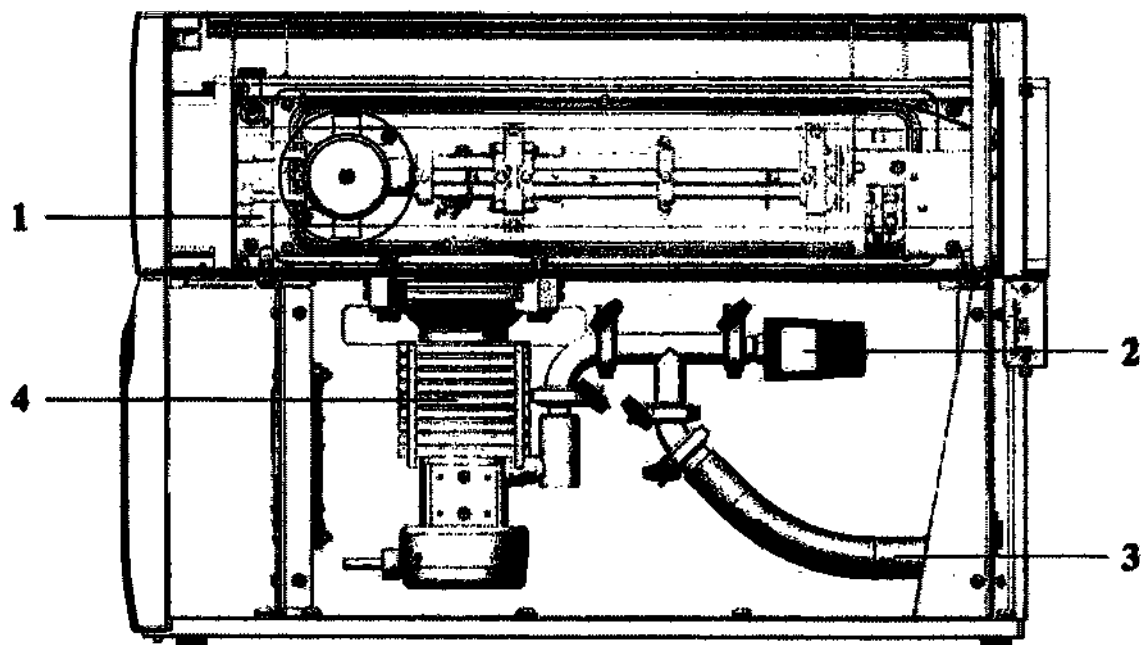


Рисунок 47 – Вакуумная система масс-селективного детектора: 1 - вакуумная камера; 2 - датчик степени разряжения, создаваемой форвакуумным насосом; 3 - шланг, ведущий к форвакуумному насосу (сам насос здесь не показан); 4 - насос, создающий высокую степень разрежения (здесь показан диффузионный; в нашем случае используется турбомолекулярный, представленный на странице 99)

Получение высокой степени разрежения обеспечивается 2-каскадной схемой.

Первым каскадом используется форвакуумный насос, создающий степень разрежения около 10^{-2} мм рт.ст. После достижения нужного разрежения в форвакуумном каскаде, автоматически включается насос, создающий высокую степень разрежения.

Масс-селективный детектор выходит на эксплуатационный режим через 2 - 3 часа после включения насоса, ответственного за создание высокой степени разрежения.

Принцип работы и схема вакуумной системы поясняются рисунком 48.

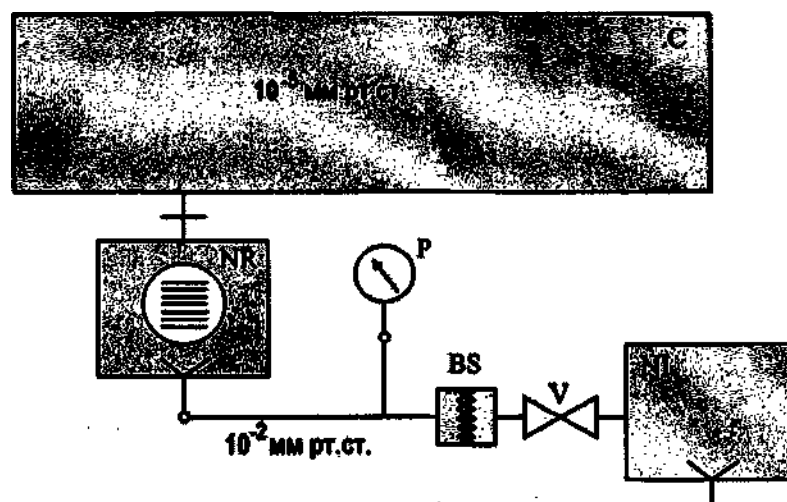


Рисунок 48 – Принципиальная электрическая схема вакуумной системы: С - вакуумная камера; NR - турбомолекулярный насос; P - датчик степени разряжения, создаваемой форвакуумным насосом; BS - сорбционная ловушка;

ПРИМЕЧАНИЕ — Для получения надежных результатов автоматической настройки и точных результатов анализа, рекомендуется заставить вакуумную систему поработать в течение ночи.

Вакуумная камера

На боковой стенке герметичной вакуумной камеры имеется фланец, на котором смонтирован анализатор (в частности, предварительный фильтр [запатентованный S-образный фильтр] и квадрупольный фильтр для масс). На фланец, которым оснащена передняя стенка вакуумной камеры, установлен источник ионов. На заднем фланце камеры размещен регистратор. С нижней стороны, к вакуумной камере подключен турбомолекулярный насос.

Форвакуумный насос

Форвакуумный насос является неотъемлемой частью любой вакуумной системы. Насос создает предварительную степень разрежения, необходимую для начала работы турбомолекулярного насоса.

Датчик степени разряжения, создаваемой форвакуумным насосом

Датчик смонтирован в канале, соединяющем форвакуумный насос с турбомолекулярным. При достижении степени разрежения 10^{-2} мм рт.ст. плата питания турбомолекулярного насоса включает этот насос (что нужно для создания очень высокой степени разрежения). Если от датчика степени разрежения, созданной форвакуумным насосом, получена информация о недостаточной степени разрежения (на уровне 1 мм рт.ст.), управляющая плата отключает турбомолекулярный насос (во избежание его повреждения).

Турбомолекулярный насос

Турбомолекулярный насос создает и поддерживает высокую степень разрежения в вакуумной камере. За счет многоступенчатой осевой турбины, вращающейся с высокой скоростью и оснащенной лопатками, молекулы удаляемого газа направляются на вход насоса (к которому подключен форвакуумный насос), благодаря чему повышается созданная степень разрежения (уровень которой может попадать в диапазон от 10^{-5} до 10^{-7} мм рт.ст. Турбина вращается со скоростью порядка десятков тысяч об/мин.

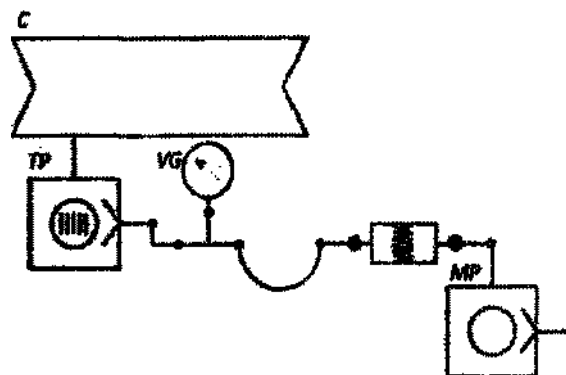


Рисунок 49 – Изображение внутренней части масс-селективного детектора, оснащенного турбомолекулярным насосом (слева) и принципиальная электрическая схема вакуумной системы этого масс-селективного детектора (справа)

На рисунке 49 показан масс-селективный детектор, оснащенный турбомолекулярным насосом pEXT85D ISO 100 80W. Справа приведена схема вакуумной системы, где С - вакуумная камера; TP - турбомолекулярный насос; VG - датчик степени разрежения; MP - форвакуумный насос. Рабочая степень разрежения в камере* $4,5E^{-7}$ мм рт.ст; степень разрежения в форвакуумном канале: $3,6E^{-2}$ мм рт.ст.

*Степень разрежения измерена в вакуумной камере, закрытой заглушкой

Места ввода газа в вакуумную камеру

В камеру газ тремя способами:

- Через интерфейс (устройство сопряжения с хроматографом);
- Через тестовый клапан (вводящий стандарт для калибровки шкалы масс [фактически, этим клапаном вводится жидкость, которая немедленно испаряется]);
- Через вентиль для запуска воздуха (при необходимости быстрой остановки системы).

Интерфейс для подключения масс-селективного детектора к основному блоку хроматографа

Используется нагреваемый полый капилляр, являющийся оболочкой для хроматографической колонки. Интерфейс (устройство сопряжения) обеспечивает переход от атмосферного давления (имеющегося в основном блоке хроматографа) в зону с высокой степенью разрежения (источник ионов). Скорость потока через хроматографическую колонку задается программным обеспечением.

Нужно обратить внимание на то, что обеспечена абсолютная температурная стабильность этого интерфейса (исключается возможность образования дополнительных холодных зон, приводящих к размыванию пиков на выходе из

хроматографической колонки).

На рисунке 50 показан интерфейс, используемый в масс-селективном детекторе (показаны температуры, измеренные в разных зонах).

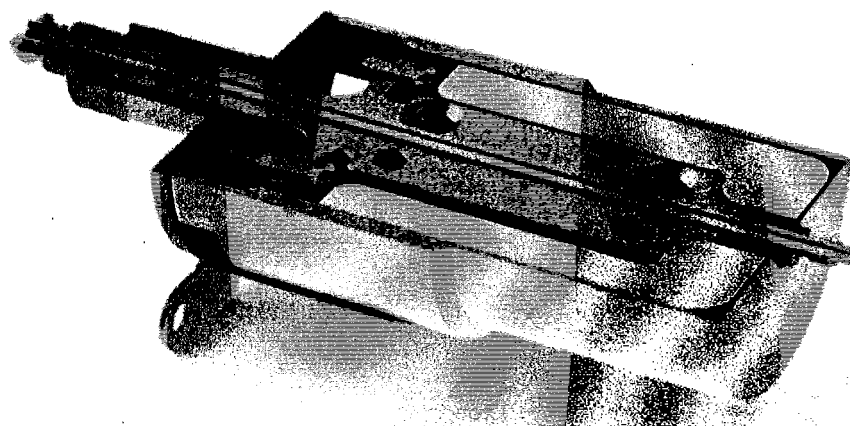


Рисунок 50 – Схематическое изображение интерфейса (устройства сопряжения между масс-селективным детектором и основным блоком хроматографа)

Тестовый клапан, вводящий стандарт для калибровки шкалы масс

Для калибровки используется раствор перфтортрибутиламина (ПФТВА, который иногда называют раствором FC 43). Раствор вводится в камеру анализатора шариковым клапаном, место установки которого показано на рисунке 51. После введения калибровочный раствор немедленно испаряется и превращается в газ.

Вентиль для запуска воздуха
в камеру анализатора

Клапан, вводящий стандарт для
калибровки шкалы масс



Рисунок 51 – Изображение тестового клапана, вводящего стандарт для калибровки шкал масс, и вентиля для запуска воздуха в камеру анализатора

Вентиль для запуска воздуха в камеру анализатора

Этот вентиль размещен непосредственно на узле тестового клапана, вводящего стандарт для калибровки шкалы масс. Используется для запуска воздуха в камеру анализатора при выключении масс-селективного детектора на длительные периоды времени или для создания возможности выполнения работ по техническому обслуживанию.

ПРИМЕЧАНИЕ – В ходе процесса выключения масс-селективного детектора, рукоятку этого вентиля вручную поворачивают на 1/2 - 1/4 оборота против часовой стрелки (чтобы услышать характерный шипящий звук, свидетельствующий о проникновении воздуха в вакуумную камеру).

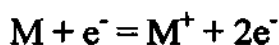
ПРИМЕЧАНИЕ – Перед очередным включением масс-селективного детектора, убедитесь, что рукоятка вентиля повернута до упора по часовой стрелке.

ПРИМЕЧАНИЕ – Для выключения селективного детектора на краткий период времени (без необходимости проведения работ по техническому обслуживанию внутри вакуумной камеры), воздух рекомендуется внутрь не запускать. В прочих случаях, необходимо заполнять вакуумную камеру воздухом.

Источник ионов

Источник ионов обеспечивает превращение нейтральных молекул в заряженные частицы или катионы (катионы-радикалы). В масс-селективном детекторе используется ионизация электронами.

Выносимые (газом-носителем) из хроматографической колонки молекулы химических веществ попадают в источник ионов, где ионизируются потоком электронов, движущихся от катода к аноду. Энергия движущихся электронов обычно равна 70 эВ (согласно формуле де Бройля, при таком уровне обеспечивается разрыв стандартной цепи связи в молекулах органических веществ). Поток электронов приводит к образованию ионов (катионов-радикалов) [т.е. обеспечивает ионизацию].



При этом (из-за того, что энергия электронов существенно превышает энергию химической связи соединений) наблюдается фрагментация ионов. Химические особенности фрагментации ионов потоком электронов известны и хорошо изучены. Зарегистрированные при ионной ионизации масс-спектры хорошо воспроизводимы, что создало возможность получения покупных библиотек, содержащих сотни тысяч спектрограмм различных химических соединений. Этот факт существенно облегчает опознание; выполнение качественного и количественного анализов.

Источник ионов собран в виде съемного блока, размещаемого на переднем фланце вакуумной камеры. Основные части источника ионов проиллюстрированы рисунком 52.

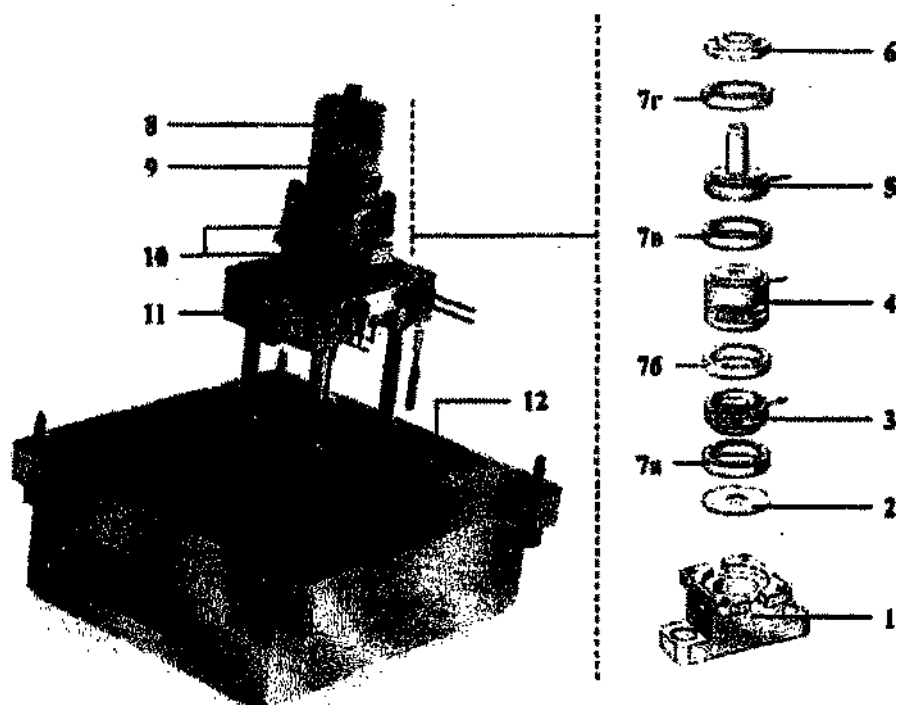


Рисунок 52 – Схема источника ионов: 1 - ионизационная камера; 2 - диафрагма; 3 - вытягивающая линза; 4 - фокусирующая линза; 5 - выходной электрод; 6 - фиксирующая шайба; 7а, 7б, 7в, 7г - изолирующие кольца; 8 - корпус источника; 9 - планка, изолирующая контакты электронной оптической системы; 10 - узлы с нитями накала; 11 - цокольная часть источника ионов; 12 - разъем, через который на основные части источника ионов подаются питающие напряжения

Ионизационная камера

Имеет отверстие для приема молекул анализируемых веществ по мере их выхода из хроматографической колонки. Разогрев нити накала приводит к образованию пучка электронов, пересекающих ионизационную камеру. Постоянные магниты, расположенные с двух сторон ионизационной камеры, создают поле, приводящее к движению электронов по винтовым траекториям (благодаря чему увеличивается вероятность взаимодействия электронов с анализируемыми молекулами).

Электронно-оптическая система, используемая в источнике ионов

Выталкиванию образовавшихся ионов из ионной камеры способствует отражатель. Дальнейшее воздействие оказывают следующие узлы: диафрагма; вытягивающая линза; фокусирующая линза и выходной электрод). Такая электронно-оптическая система ответственна за извлечение образовавшихся ионов из ионизационной камеры, фокусирование с превращением в параллельный пучок, направляемый в анализатор (описанный в приведенном далее подразделе).

Соответствующие напряжения подаются на линзы и электрод через разъем, расположенный на цокольной части блока источника ионов.

Анализатор

Полученные ионы исследуемых химических соединений подлежат очистке от возможных нейтральных примесей и, затем, разделению по отношению масс к зарядам. Для выполнения первой задачи используется запатентованный S-образный фильтр. Разделение по массам обеспечивается квадрупольным анализатором.

Запатентованный S-образный фильтр

Создан из искривленных стержней с круглым сечением. На фильтр подается только высокочастотное напряжение. Обеспечивается полное удаление фотонного шума за счет создания электрического поля, удерживающего заряженные частицы (отделяя их от нейтральных, не удерживаемых). Благодаря этому, в квадрупольный анализатор масс поступают лишь частицы, обладающие зарядом.

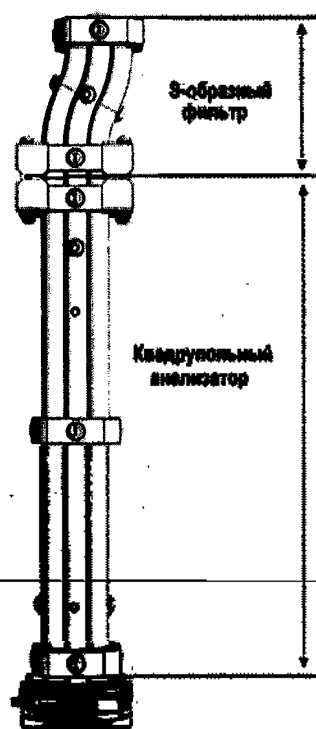


Рисунок 53 – Изображение S-образного фильтра и квадрупольного анализатора

Квадрупольный анализатор

Собран из 4-х параллельно и симметрично расположенных стержней (с круглым сечением), к которым попарно (и в противоположной полярности) подводится сочетание постоянного и высокочастотного напряжений.

Кроме того, на стержни подается и ускоряющее напряжение (~ 3 В), чтобы поступающий из источника ионов луч (ионов) оказался направленным вдоль общей центральной оси квадруполь. Под действием сочетания постоянного и высокочастотного электрических полей возникают колебания (прошедших в квадруполь) ионов в поперечном направлении.

За счет линейно изменяющихся величин постоянного и высокочастотного напряжений, квадрупольным фильтром для масс создаются условия прохождения к регистратору лишь тех ионов, которые характеризуются конкретным диапазоном

масс. За счет слежения за такими (прошедшими) ионами, регистрируется масс-спектрограмма.

ПРИМЕЧАНИЕ – Состояние стержней квадруполя нельзя изменить никаким техническим обслуживанием.

Регистратор

Регистратор преобразует энергию принимаемых им заряженных частиц в электрический сигнал, передаваемый системе обработки данных (для обработки специальным программным обеспечением, загруженным в компьютер). Основные узлы регистратора показаны на рисунке, приведенном ниже.

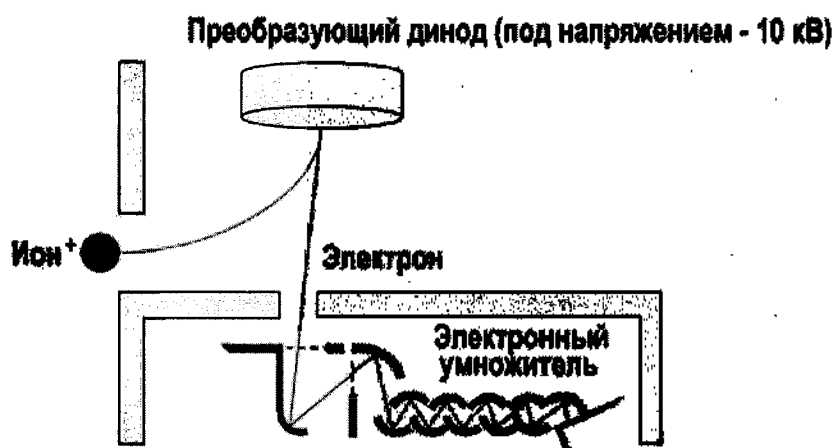


Рисунок 54 – Принципиальная схема регистратора

Электронный умножитель усиливает слабый ток, полученный от регистрируемых частиц, благодаря использованию серии электродов, вызывающих вторичную эмиссию. Попадание заряженной частицы на динод, ее энергия передается имеющимся на поверхности динода электронам (в результате этого, динодом излучается некоторое число вторичных электронов). Схематически этот процесс проиллюстрирован рисунком, приведенным выше. Динод изготовлен из нержавеющей хромоникелевой стали аустенитного класса.

Основные компоненты регистратора показаны на приведенном ниже рисунке.

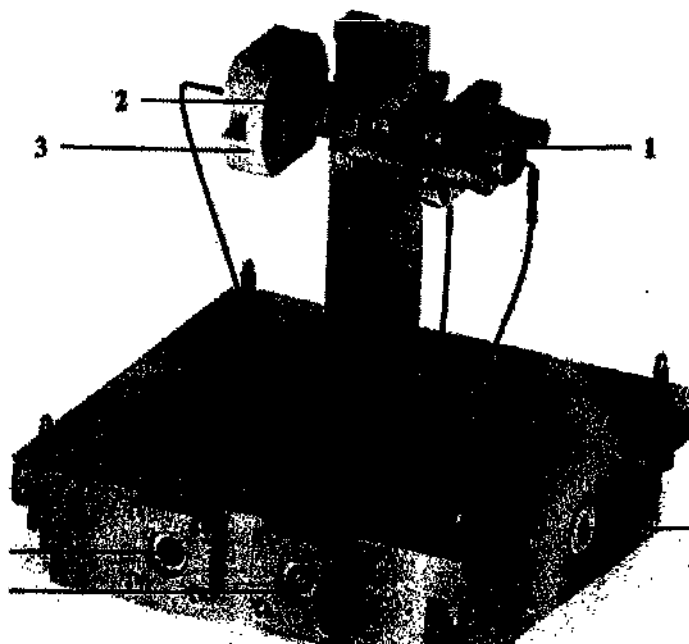


Рисунок 55 – Основные компоненты регистратора: 1 - электронный умножитель; 2 - динод; 3 - изолятор; 4 - разъем, через который напряжение (-10 кВ) передается на динод; 5 - разъем, через который подается питающее напряжение на электронный умножитель (- 3 кВ); 6 - разъем, через который передается питающее напряжение на предварительный усилитель, обслуживающий регистратор

ПРИМЕЧАНИЕ – Высокая точность сборки электродов электронного умножителя делает его малоустойчивым к внешним механическим воздействиям (таким, как удары или встряска). Такие воздействия могут привести к деформации в конструкции электронного умножителя (к его окончательной порче).

ПРИМЕЧАНИЕ – Электронный умножитель поставляется в заполненной азотом оболочке. Такая упаковка пригодна только для перевозки и не подходит для длительного хранения. Если требуется хранить электронный умножитель на складе, для сохранения нужны чистая упаковка и обеспечение любого из двух указанных ниже условий:

- 1) Сохранение при степени разрежения выше 13 Па. При этом электронный умножитель должен быть максимально защищенным от возможных контактов с частицами масла или каких-то других смазочных материалов.
- 2) Хранение при непрерывной продувке потоком сухого чистого, пропущенного через фильтр с размером пор не более 0,45 мкм (требуется создание атмосферы с относительной влажностью не более 20%).

ПРИМЕЧАНИЕ – При установке нового электронного умножителя, необходимо пользоваться следующими указаниями:

- Работайте в чистых (не оставляющих волокон и не заполненных тальком) перчатках; нельзя касаться электронного умножителя голыми руками
- Во избежание возникновения разрядов статического электричества не приближайте к электронному умножителю острые предметы
- Считывание сигнала с анода электронного умножителя должно обеспечиваться через максимально короткий экранированный кабель

(подключающийся к усилителю и к дальнейшим каскадам электронной схемы)

ПРИМЕЧАНИЕ – Все электронные умножители должны эксплуатироваться при высокой степени разрежения. При нарушении этого требования работающий электронный умножитель может оказаться поврежденным молекулами газов.

Блок с электронными схемами

Этот блок ответственен за снабжение масс-селективного детектора питающими напряжениями и за управление работой этого детектора. Кроме того, реализуются функции слежения и защиты (ради предотвращения возможности возникновения критических ситуаций при эксплуатации системы).

Основной источник питания снабжает все узлы электронных схем постоянным стабилизированным напряжением 24 В. В обсуждаемый здесь блок установлен специальный источник бесперебойного питания (ИБП), предотвращающий повреждение вакуумной системы и электронных устройств при отказе сети энергоснабжения лаборатории. Использование такого источника бесперебойного питания гарантирует корректное выключение масс-селективного детектора (защиту от повреждения).

Пользователь избавлен от необходимости приобретать дополнительный источник бесперебойного энергоснабжения ради создания условий безопасной работы прибора. Управление работой масс-селективного детектора и передача собранных данных компьютеру (в который загружено программное обеспечение Маэстро) обеспечиваются через сеть Ethernet.

Масс-селективный детектор оснащен жидкокристаллическим дисплеем с сенсорными клавишами (благодаря чему возможно быстрое слежение за состоянием системы).

Все функции, связанные с реализацией управления и регистрации, контролируются программно-аппаратным обеспечением, загруженным в 32-разрядный процессор основной печатной платы прибора (ПО МСД). Эта плата фактически представляет собой компьютер, оснащенный всеми необходимыми преобразователями и формирователями сигналов.

В блоке размещены и две другие печатные платы: защитная плата (следающая за поступлением питающего сетевого напряжения; за степенью разрежения и за состоянием высоковольтных источников питания; эта плата подает команды разрешения или запрета работы всего масс-селективного детектора, управляет работой турбомолекулярного и диффузионного насосов) и плата управления высоковольтным питанием.

На фланце источника ионов размещен узел регулирования температуры и эмиссии. На боковом фланце анализатора находится высокочастотный генератор; на фланце регистратора установлен предварительный усилитель.

Вентиляторы

Используются два вентилятора. Одним обеспечивается охлаждение блока с электронными схемами (работой этого вентилятора управляет защитная плата); другим - охлаждение турбомолекулярного насоса (работу этого вентилятора

контролирует специальная плата, соответствующая типу и марке насоса).

Жидкокристаллический дисплей с сенсорными клавишами

С помощью этого дисплея реализуется быстрый доступ к основным процедурам запуска и выключения масс-селективного детектора; дисплей помогает следить за состоянием масс-селективного детектора. Дисплей находится в верхней части передней стенки блока масс-селективного детектора.



Рисунок 56 – Внешний вид жидкокристаллического дисплея с сенсорными клавишами на передней стенке масс-селективного детектора

Главное меню

В главном меню (см. ниже) показаны 4 главные клавиши. Нажатие каждой из них (благодаря касанию соответствующей части дисплея пальцами) обеспечивает переход к дополнительному подразделу.



Рисунок 57 – Скрин главного меню ПО МСД: 1 - вызов подраздела, связанного с диагностическими функциями; 2 - вызов подраздела, соответствующего организации связи; 3 - вызов подраздела, управляющего включением и выключением; 4 - вызов подраздела, информирующего о состоянии.

Подраздел, связанный с диагностическими функциями

Этот подраздел является лишь информирующим о состоянии всех электронных плат масс-селективного детектора. Используется информирование цветом. Зеленый цвет соответствует исправности и готовности. Желтый цвет свидетельствует об исправности и необходимости ожидания выхода на рабочий режим. Красный свет сообщает об обнаруженной неисправности.

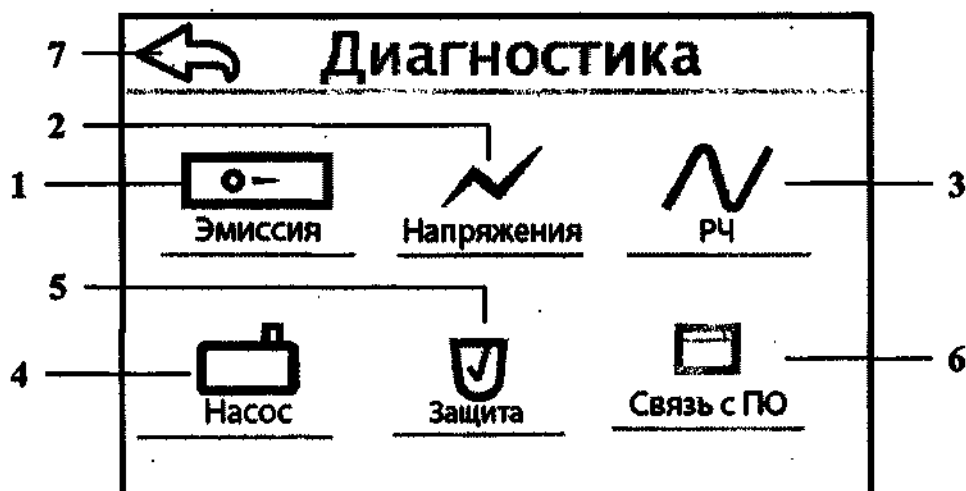


Рисунок 58 – Скрин меню диагностики ПО МСД: 1 - рабочее состояние платы питания нитей накала; 2 - состояние платы высоковольтных источников питания электронного умножителя и преобразующего динода; 3 - состояние высокочастотного генератора; 4 - состояние контура управления вакуумной системы; 5 - состояние защитной платы (защиты от перегрузок); 6 - состояние сеанса связи с программным обеспечением Маэстро; 7 - возврат к главному меню

Подраздел сетевых настроек

На дисплее указываются выбранные (на данный момент времени) адрес IP и маска подсети. Подраздел дает возможность изменить настройки. После указания новых значений необходимо нажать клавишу Set (установить). См. рисунок, приведенный ниже:

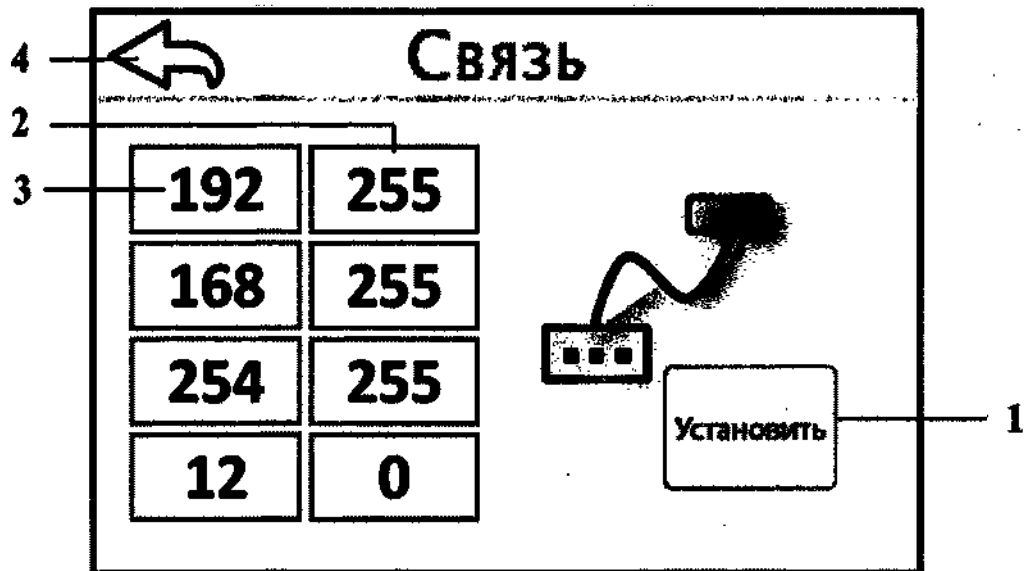


Рисунок 59 – Скрин меню сетевых настроек: 1 - клавиша подтверждения правильности выбранных настроек; 2 - клавиши, показывающие выбранную (на данный момент) маску подсети и дающие возможность указания новой маски (отличающейся от указанной заводом-изготовителем); 3 - клавиши, показывающие выбранный (на данный момент) адрес IP и дающие возможность указания нового адреса (отличающегося от заданного заводом-изготовителем); 4 - возврат к главному меню

ПРИМЕЧАНИЕ – Изменять адрес связи с масс-селективным детектором рекомендуется доверять только обученному сервисному инженеру. В противном случае, изменение параметров организации связи может привести к выведению на экран ошибки и может лишить возможности эксплуатировать систему.

Подраздел, управляющий включением и выключением

Обеспечен быстрый доступ к правильным процедурам отключения масс-селективного детектора (запуска воздуха в систему) и включения этого детектора (создания требуемой степени разрежения). Предусмотрена специальная логика защиты от случайного выключения. В частности, после выбора процедуры откачки воздуха, на дисплей выводится специальный сектор, используемый в режиме диалога (запрашивающий подтверждение).

Показываемый заголовок изображения зависит от того, был ли масс-селективный детектор включен или выключен. Ниже показано изображение, получаемое при включенном масс-селективном детекторе. Если ранее этот детектор был выключен, заголовок изображения будет соответствовать включению.

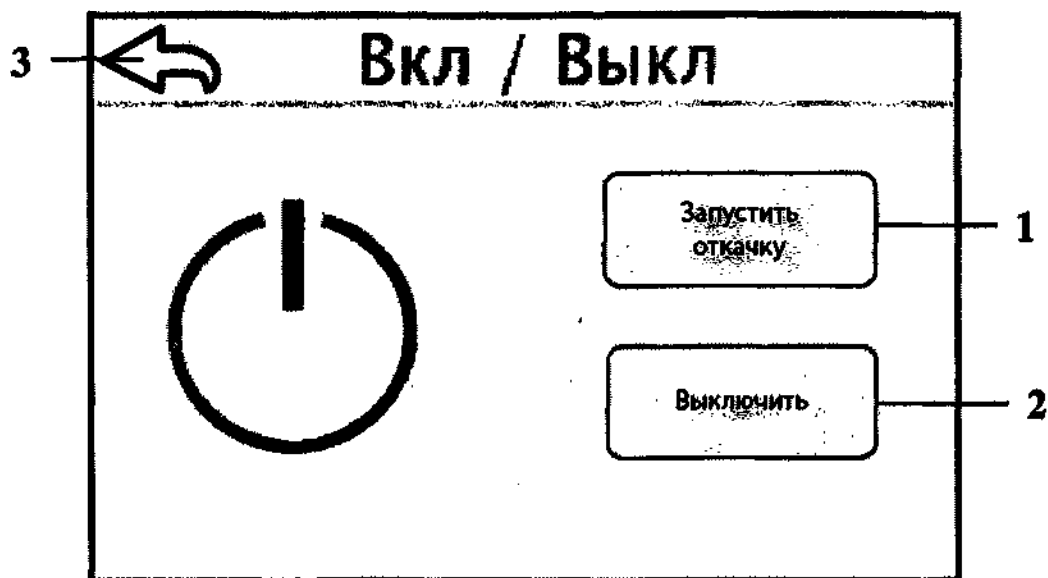


Рисунок 60 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего при выборе откачки воздуха: 1 - клавиша включения (нажатием обеспечивается переход к созданию разрежения); 2 - клавиша выключения (после нажатия этой клавиши на экране появляется запрос подтверждения); 3 - возврат к главному меню

Подраздел, информирующий о состоянии

Указывается состояние масс-селективного детектора. Дублирующие показания состояния предоставляются ПО «Мазстро» (установленным на компьютере).

В процессе отключения масс-селективного детектора или наоборот в процессе перевода масс-селективного детектора в рабочий режим на дисплее указываются отмеченные (на данный момент времени) степень разрежения и температура источника ионов.

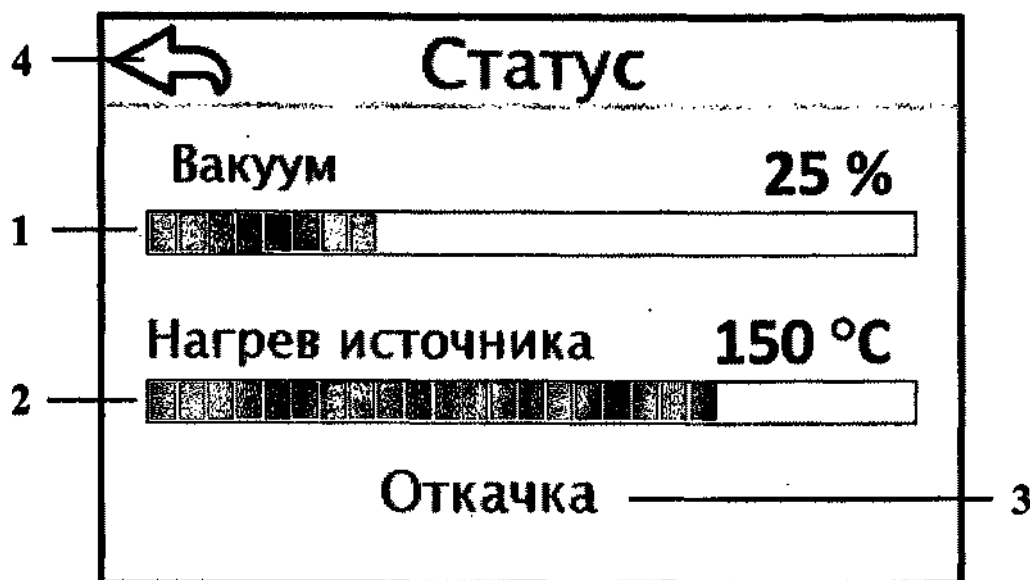


Рисунок 61 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего при включении или выключении масс-селективного детектора: 1 - показ степени разрежения; 2 - информация о температуре источника ионов; 3 - информация о выполняемом (на данный момент) действии; 4 - возврат к главному меню

В случае штатного состояния масс-селективного детектора (не во время его включения или выключения), сообщается о готовности масс-селективного детектора к работе; если ожидается выход основного блока хроматографа на рабочий режим, выводится сообщение о таком ожидании. Если масс-селективным детектором производится регистрация данных в ходе выполнения хроматографической разгонки, на дисплее показывается отсчет времени, истекшего с момента начала разгонки.

См. рисунки, приведенные далее:

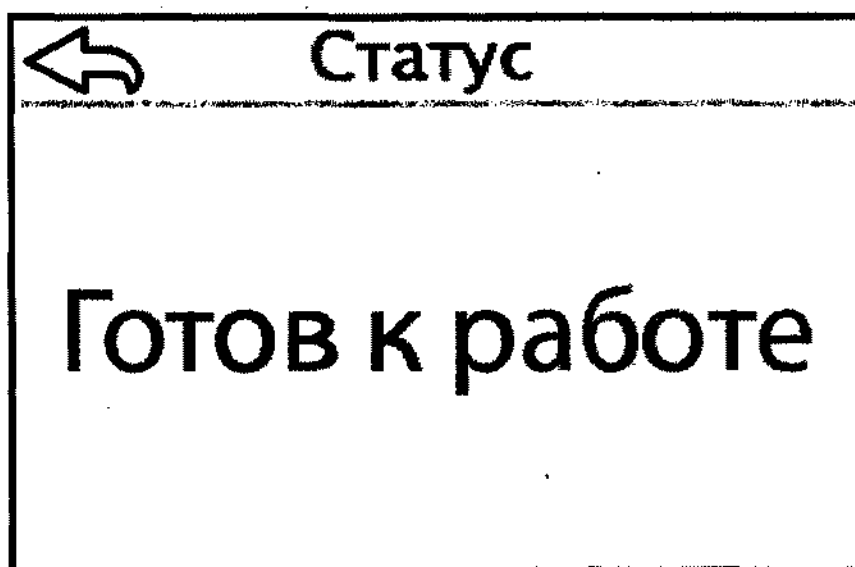


Рисунок 62 – Скрин диалогового окна ПО МСД в штатном состоянии масс-селективного детектора в состоянии готовности

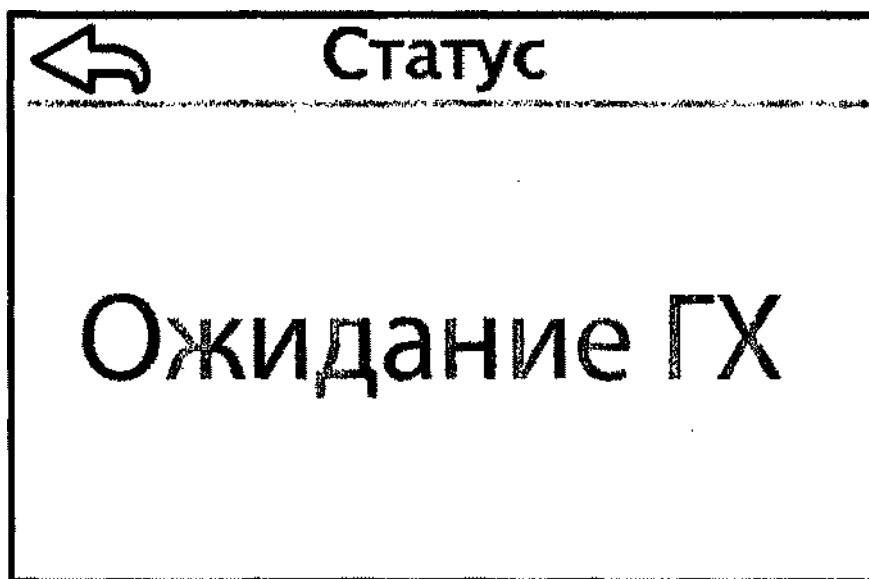


Рисунок 63 – Скрин диалогового окна ПО МСД в штатном состоянии масс-селективного детектора в состоянии ожидания выхода основного блока хроматографа на рабочий режим

Краткое подведение итогов описания конструкции масс-селективного детектора

Приведенные выше сведения и функциональные возможности масс-селективного детектора для наглядности вкратце повторно приведены на рисунке 64.

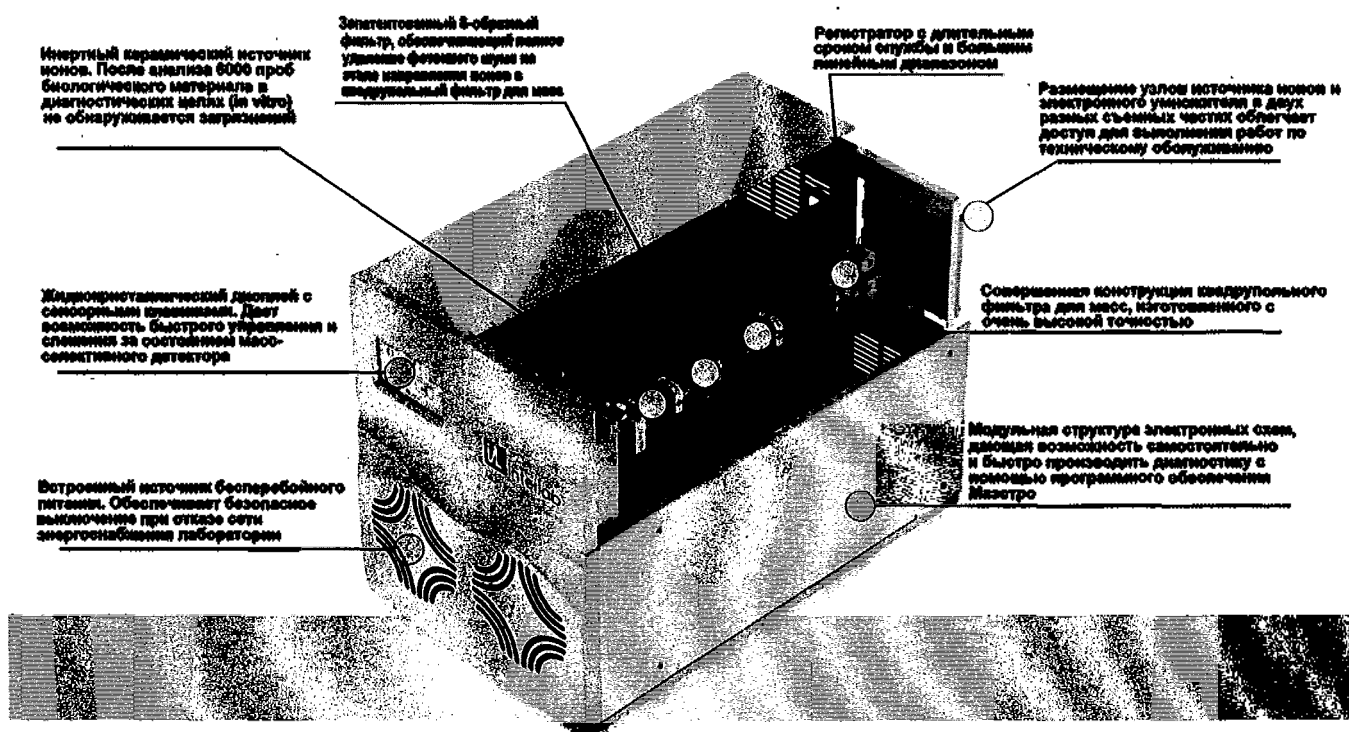


Рисунок 64 – Краткое описание некоторых характеристик и функциональных особенностей масс-селективного детектора

Краткое ознакомление с программным обеспечением «Маэстро».

Описание способа его установки

Программное обеспечение «Маэстро» дает возможность управления работой хроматографа, устройства автоматического ввода жидких проб и масс-селективного детектора на всех этапах (этапе подготовки к работе; этапе настройки и этапе выполнения анализа исследуемых проб).

Загрузку программного обеспечения «Маэстро» следует произвести до установки масс-селективного детектора. Поэтому, данный раздел размещен именно в этой части документа. При установке масс-селективного детектора придется активно пользоваться программным обеспечением «Маэстро».

Загрузка программного обеспечения

Программное обеспечение поставляется в составе хроматографа на загрузочном диске. Оснащено специальной установочной программой, ответственной за загрузку (автоматическую запись всех требуемых файлов в компьютер владельца системы; размещение их в соответствующих папках; настройку для работы с используемой операционной оболочкой).

Требования к компьютеру

Для работы с программным обеспечением «Маэстро» требуется персональный компьютер с характеристиками не хуже указанных в разделе «Основные характеристики».

Указания по загрузке программного обеспечения «Маэстро»

Загрузке программного обеспечения «Маэстро» способствует установочная программа Maestro-1.0-windows-installer.exe. До перехода к загрузке, следует убедиться, что учетная запись работника, выполняющего загрузку, дает необходимые права доступа к ресурсам операционной системы. Кроме того, к гнезду USB компьютера должен быть подключен полученный с программным обеспечением электронный ключ, дающий право пользования программным обеспечением «Маэстро».

Установочная программа обеспечивает размещение и конфигурирование файлов, сопровождая этот процесс выводом на экран ряда изображений, используемых в режиме диалога. Все эти изображения показаны в тексте данного документа далее. С помощью таких диалогов, владелец системы должен подтвердить свое согласие на соблюдение условий лицензионного соглашения; выбрать папку для установки, выбрать устанавливаемые модули программного обеспечения.

Рекомендуется загрузка программного обеспечения в ту папку, которая предполагается самой системой автоматически.

Далее приводятся выводимые на экран изображения (в порядке их появления на экране). Для перехода к каждому очередному изображению нужно нажать клавишу "Далее". Кроме того, нужно выбрать и те варианты ответов, которые показаны на эти рисунках выбранными.

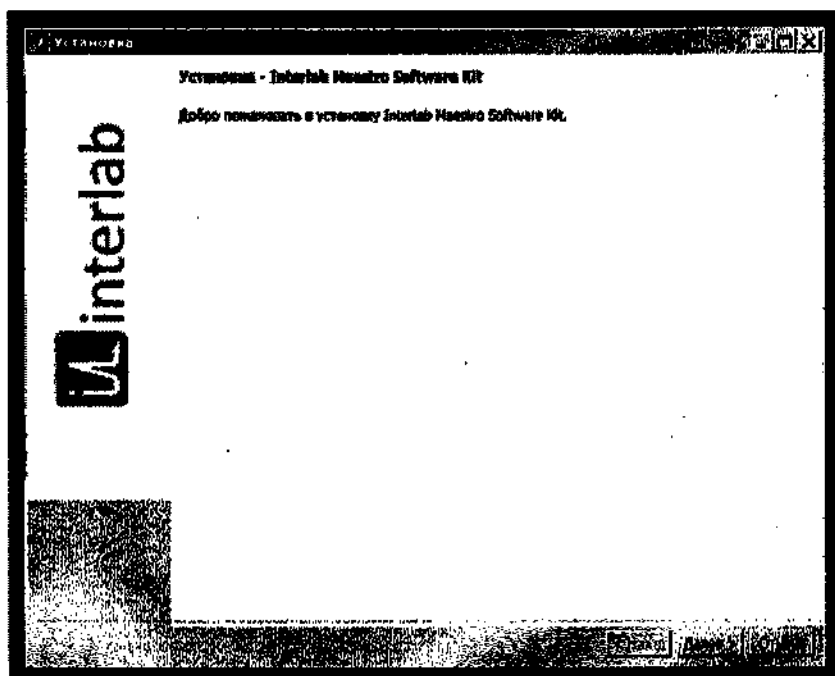


Рисунок 65 – Диалоговое окно начала установки программного обеспечения «Маэстро»

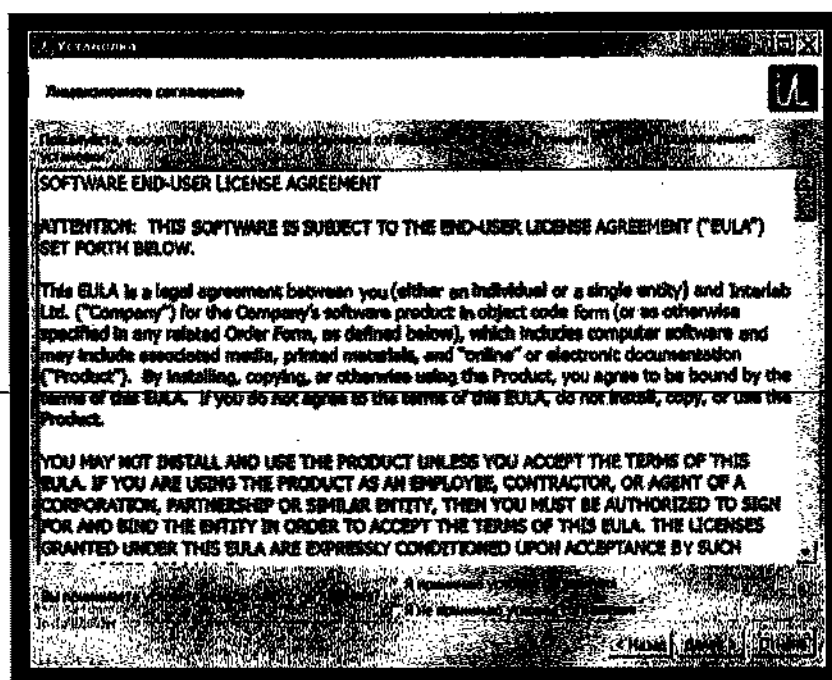


Рисунок 66 – Диалоговое окно лицензионного соглашения



Рисунок 67 – Диалоговое окно выбора папки для установки

ПРИМЕЧАНИЕ – В процессе загрузки программного обеспечения «Маэстро» производится установка Пакета распространяемых файлов компании Microsoft (*Microsoft Visual C++ Redistributable Package*), для чего запускается отдельная установочная программа. Если на компьютере владельца прибора уже имеется пакет *Microsoft Visual C++ Redistributable Package*, этот этап заканчивается соответствующим сообщением установочной программы. На правильность работы программного обеспечения Маэстро это не повлияет.

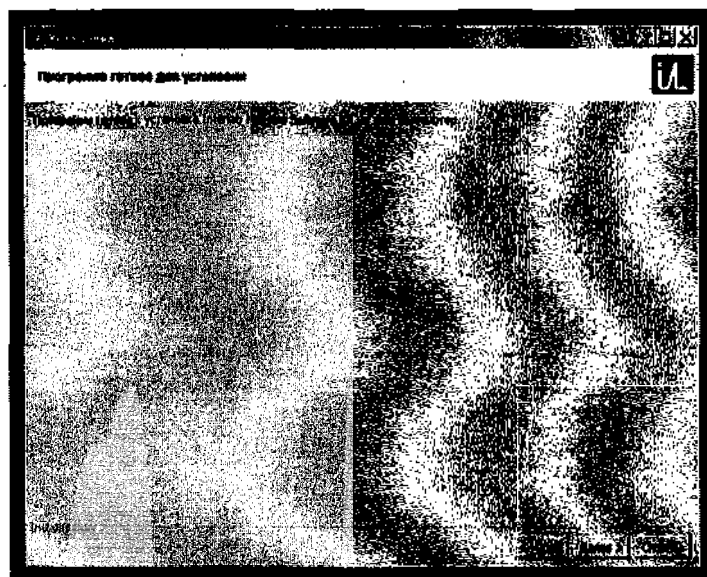


Рисунок 68 – Диалоговое окно готовности к установке

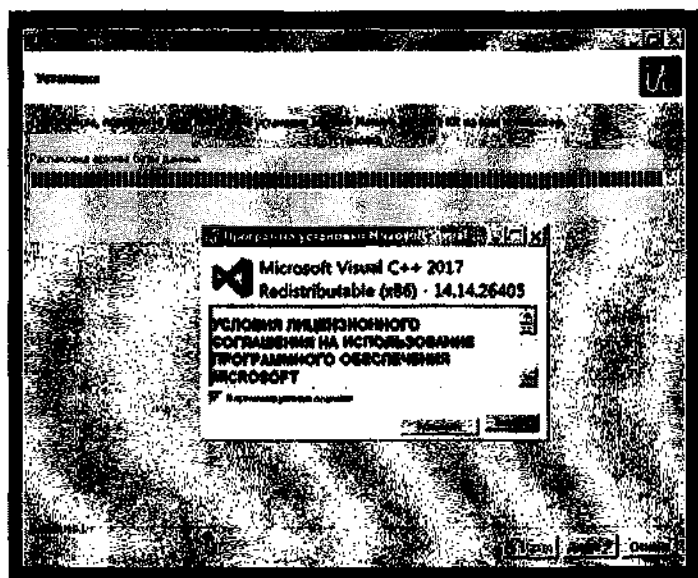


Рисунок 69 – Диалоговое окно лицензионного соглашения для установки *Microsoft Visual C++ Redistributable Package*

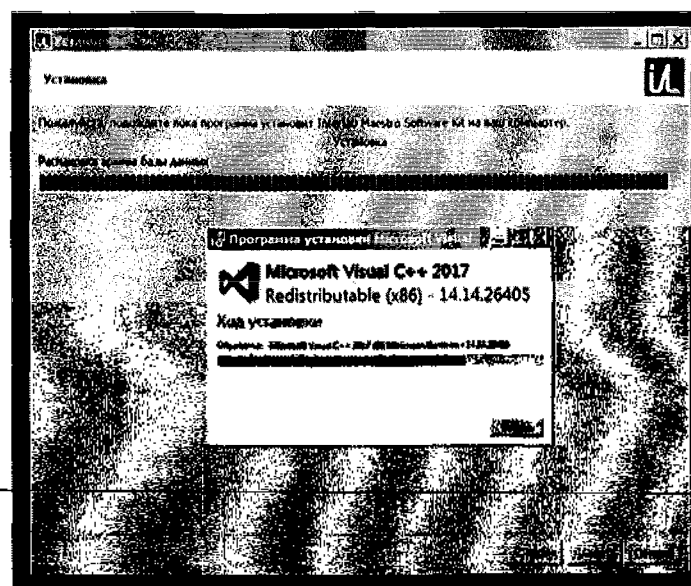


Рисунок 70 – Диалоговое окно прогресса установки *Microsoft Visual C++ Redistributable Package*

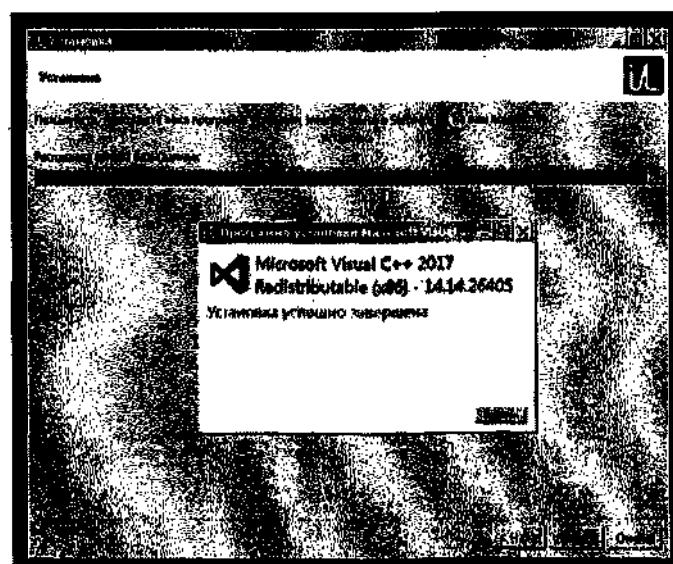


Рисунок 71 – Диалоговое окно окончания установки *Microsoft Visual C++ Redistributable Package*

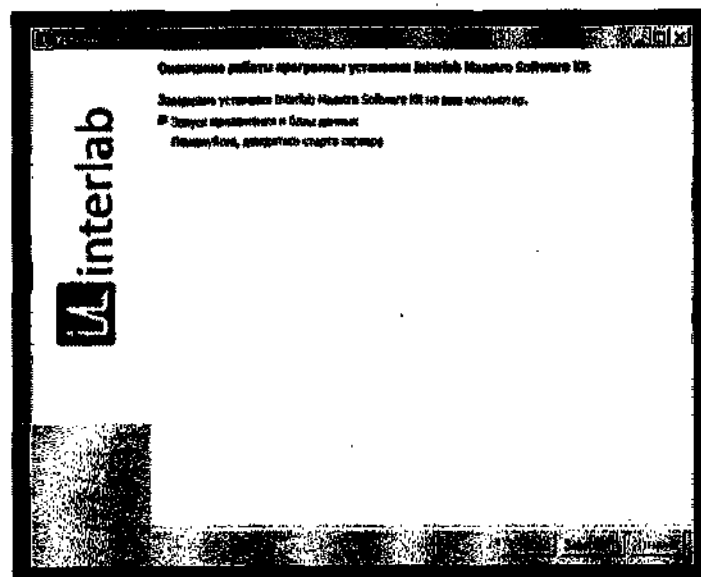


Рисунок 72 – Диалоговое окно успешного окончания установки программного обеспечения «Маэстро»

Если электронный ключ, дающий право пользования программным обеспечением «Маэстро», не обнаружен, на экране появится показанное ниже сообщение.

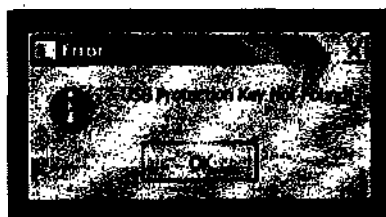


Рисунок 73 – Сообщение об отсутствии электронного ключа для программного обеспечения «Маэстро»

Убедитесь в том, что электронный ключ не забыли подключить к гнезду USB компьютера. Если сообщение отображается, когда электронный ключ подключен, необходимо обратиться за технической помощью к компании Интерлаб. Если электронный ключ не был подключен, после его подключения к компьютеру необходимо начать процесс установки программного обеспечения «Маэстро» заново.

Начало сеанса работы с программным обеспечением «Маэстро»

Загрузочная программа создает в операционной системе набор ярлыков, показываемых в перечне, вызываемом через клавишу «Пуск» (кроме того, аналогичный набор ярлыков создается и на рабочем столе). Чтобы начать сеанс работы, установите указатель на символическое изображение (ярлык) с надписью Маэстро-Оператор (имеющийся на рабочем столе) и дважды (быстро) нажмите левую клавишу мыши. Или же можно выбрать такой ярлык из перечня, раскрываемого через клавишу «Пуск».



Рисунок 74 – Ярлык приложения Маэстро-Оператор на рабочем столе компьютера

После запуска приложения Маэстро-Оператор на экране появляется диалоговое окно, в котором необходимо ввести фамилию (псевдоним) оператора и пароль. При первом запуске (до того, как будут созданы учетные записи) можно приступить к сеансу работы, указав учетную запись администратора, предусмотренную самой системой:

Фамилия (псевдоним) оператора: admin

Пароль: admin

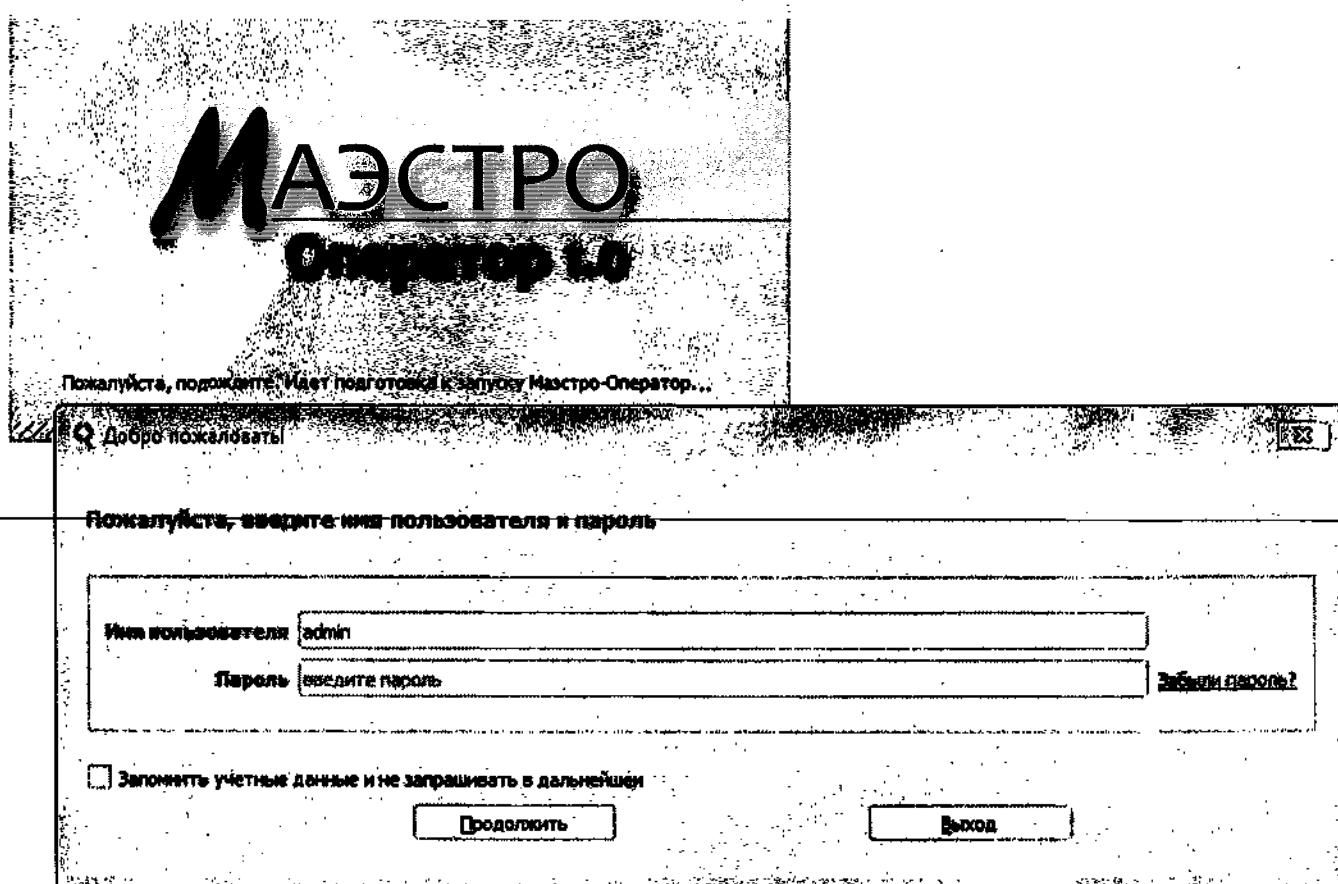


Рисунок 75 – Диалоговое окно авторизации в приложении Маэстро-Оператор

После успешного прохождения авторизации на экране появляется главное окно приложения Маэстро-Оператор, схематично показанное на следующей странице.

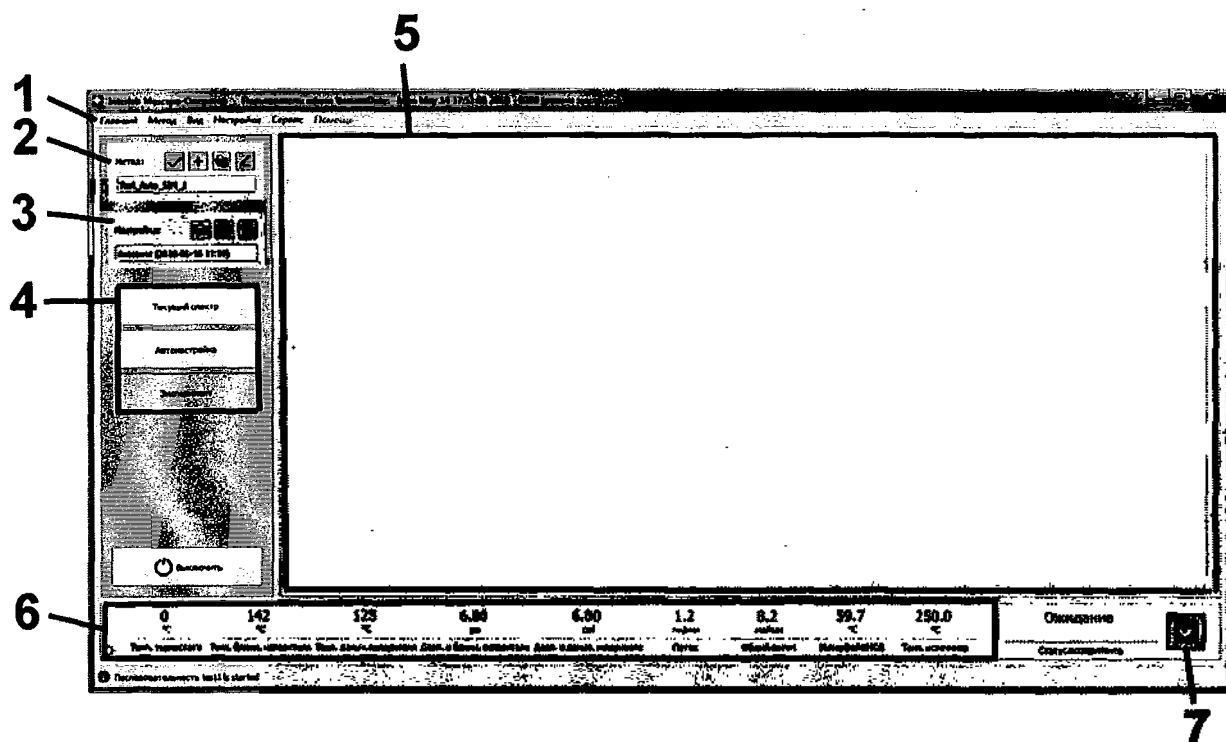


Рисунок 76 – Главное диалоговое окно приложения Маэстро-Оператор: 1 - заголовки главных перечней функций; 2 - сектор, соответствующий выбранному (на данный момент времени) методу регистрации; 3 - сектор с перечнем аппаратных настроек; 4 - сектор с клавишами, используемыми для переключения режимов работы; 5 - центральный сектор с параметрами, содержимое которого меняется в зависимости от выбранного режима работы; 6 - сектор с индикаторами состояния прибора; 7 - индикатор общего состояния

Для работы с результатами хроматографии для анализа полученных данных может быть полезна библиотека хроматографических данных. Программное обеспечение «Маэстро» дает возможность загрузить внешние библиотеки (которые можно отдельно приобрести у сторонних производителей), а также самостоятельно наработать собственную.

Для ознакомления с подробным описанием программного обеспечения «Маэстро», см. Приложение Б.

Установка масс-селективного детектора

В этом подразделе приводятся указания по установке масс-селективного детектора. Описанные работы выполняются уже после завершения установки основного блока хроматографа и устройства автоматического ввода на 16 жидких проб.

Этап 1. Распаковка масс-селективного детектора

- 1) Осмотрите транспортировочную тару для того, чтобы выявить возможные признаки повреждения. Если обнаруживаются признаки повреждения или небрежного отношения с коробками, немедленно уведомите об этом доставщика и местное представительство компании Интерлаб.
- 2) Сохраните все транспортировочные материалы для предъявления доставщику.
- 3) Проверьте соответствие содержимого упаковочным листам. Если обнаруживается какое-то расхождение, немедленно оповестите об этом местное представительство компании Интерлаб.
- 4) Транспортировочную тару требуется сохранить. Она может понадобиться для перевозки прибора в другое место. Кроме того, масс-селективный детектор и форвакуумный насос придется упаковывать (после завершения срока их службы) для отправки в место утилизации.

Этап 2. Состыковка масс-селективного детектора с хроматографом

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Будьте осторожны при попытках поднять масс-селективный детектор. Из-за большого веса, поднимать этот детектор должны двое.

- 1) Выньте масс-селективный детектор из транспортировочной коробки. Выньте форвакуумный насос и все присланные принадлежности.
- 2) Установите масс-селективный детектор на стол слева от основного блока хроматографа. См. рисунок, приведенный ниже.

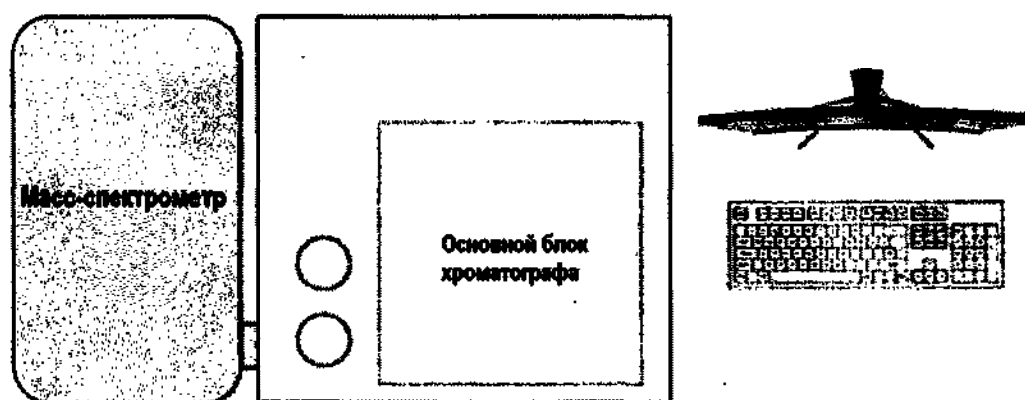


Рисунок 77 – Схема расположения масс-селективного детектора относительно основного блока хроматографа и компьютера

Ширина всей системы (масс-селективный детектор; основной блок хроматографа; устройство автоматического ввода на 16 жидких проб) составляет около 120 см. Если учесть необходимость в свободном пространстве (для доступа к блокам хроматографа), под весь хроматограф понадобится около 200 см стола. Следует учесть, что для выполнения некоторых ремонтных работ необходим доступ к прибору и с задней его стороны. Рекомендуется наличие свободного пространства позади хроматографа около 70 см. Необходимо наличие не менее 5 сетевых розеток европейского типа (оснащенных заземляющим контактом). Ток, потребляемый самим масс-селективным детектором: около 2 А; максимальная постоянная потребляемая мощность: не более 600 В·А.

ПРИМЕЧАНИЕ – Пользоваться удлинителями не рекомендуется. Удлинители могут быть неспособны выдержать максимальную нагрузку и их использование может привести к возникновению опасных ситуаций.

- 1) Если основной блок хроматографа включен, выключите его и отсоедините кабель питания основного блока хроматографа от гнезда, имеющегося в нижней части на шасси прибора (ниже правой боковой стенки).
- 2) Удалите левую боковую стенку основного блока хроматографа (для этого нужно отвинтить 2 винта).
- 3) Удалите с этой стенки крышки-заглушки большого отверстия и расположенного рядом малого отверстия.
- 4) Найдите в основном блоке хроматографа кабель питания, предназначенный для подключения к интерфейсу (устройству сопряжения с масс-селективным детектором). На этом кабеле имеется ответный разъем, подходящий к разъему оставшегося не подключенным кабеля (выведенного через правую боковую стенку блока масс-селективного детектора).
- 5) Обратите внимание на то, что выступающий с правой стороны блока масс-селективного детектора интерфейс (устройство сопряжения) должен пройти через левую боковую стенку основного блока хроматографа таким образом, чтобы соединительная часть интерфейса проникла прошла через стенку в термостат основного блока хроматографа.

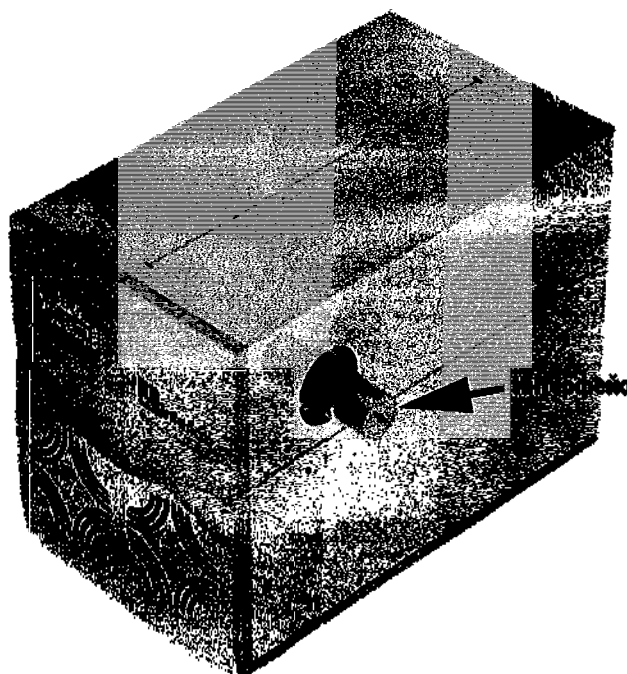


Рисунок 78 – Изображение расположения интерфейса (устройства сопряжения) на блоке масс-селективного детектора

- 6) Соответствующий проходной канал левой стенки основного блока хроматографа закрыт съемным цилиндрическим куском теплоизолирующего материала. Удалите этот кусок материала. Откройте дверку термостата основного блока хроматографа и убедитесь, что путь прохождения интерфейса в термостат свободен.
- 7) Найденный кабель (ведущий из основного блока хроматографа) просуньте в отверстие левой боковой стенки основного блока хроматографа, после чего установите эту стенку на место.
- 8) Придвиньте блок масс-селективного детектора ближе к основному блоку хроматографа. Состыкуйте кабель, ведущий из основного блока хроматографа, к кабелю масс-селективного детектора (благодаря этому, нагреватель устройства сопряжения масс-селективного детектора окажется подключенным к источнику питания, расположенному в основном блоке хроматографа).



Рисунок 79 – Подключение кабеля, ведущего из основного блока хроматографа, к кабелю масс-селективного детектора



Рисунок 80 – Изображение правильного подключения масс-селективного детектора к основному блоку хроматографа

- 9) Аккуратно придвигайте блок масс-селективного детектора к основному блоку хроматографа. Круглая выступающая часть интерфейса должна войти в большое отверстие левой крышки газового хроматографа. Убедившись в том, что это требование обеспечивается, придвиньте блок масс-селективного детектора к левой стенке основного блока хроматографа до упора.
- 10) Убедитесь, что соединительная часть интерфейса проникла в термостат.
- 11) Теперь установленный на стол хроматограф принял окончательный вид (приведено на рисунке ниже).

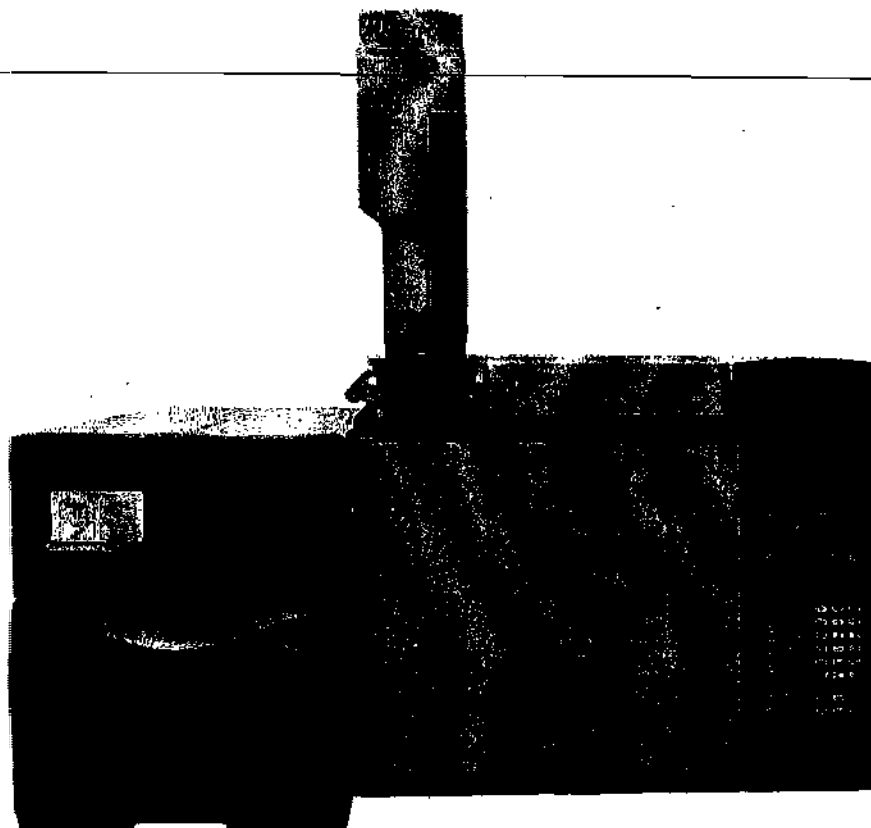


Рисунок 81 – Общий вид хроматографа в сборе

Этап 3. Распаковка форвакуумного насоса и установка на него необходимой оснастки

- 1) Распакуйте коробку, в которой прислан форвакуумный насос. Не снимайте насос с деревянного поддона.



Рисунок 82 – Форвакуумный насос в защитной пластиковой упаковке

- 2) Удалите защитный пластиковый мешок. Убедитесь, что с форвакуумным насосом присланы все необходимые принадлежности. Оснащенный всем необходимым форвакуумный насос должен иметь вид, показанный на приведенном ниже рисунке.



Рисунок 83 – Общий вид форвакуумного насоса

- 3) С форвакуумным насосом присылаются все необходимые соединительные детали. Ловушка, защищающая от попадания паров масла в атмосферу лабораторного помещения, находится в отдельной коробке.

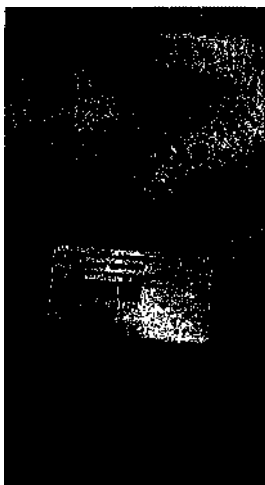


Рисунок 84 – Маркировка упаковки ловушки паров масла для форвакуумного насоса

- 4) Распакуйте и содержимое этой коробки. Как уже указывалось ранее, вся транспортировочная тара должна быть сохранена. Она может понадобиться для перевозки прибора в другое место. Но нужна и для отправки в пункт его уничтожения после того, как будет принято решение об утилизации.

ПРИМЕЧАНИЕ: Вакуумный шланг присылается вместе с масс-селективным детектором, а не с форвакуумным насосом.

- 5) Установите на форвакуумный насос всю необходимую оснастку. После завершения этих операций, форвакуумный насос должен иметь вид, показанный ниже.



Рисунок 85 – Общий вид форвакуумного насоса в сборе

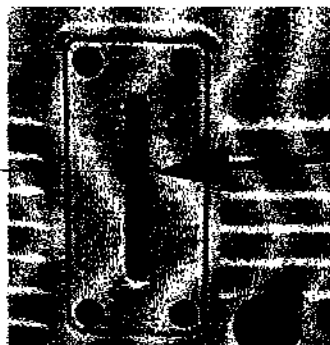
- 6) Форвакуумный насос присылается не заполненным маслом. Удалите крышку с канала, используемого для заливки масла. См. рисунок, приведенный на следующей странице.



Заглушка канала, используемого
для заправки насоса маслом

Рисунок 86 – Общий вид форвакуумного насоса с заглушкой канала для заправки насоса маслом

- 7) Через воронку, аккуратно (медленно) заливайте присланное масло (номер по каталогу № VPO-46H), следя за уровнем масла (через смотровой глазок). Уровень масла должен оказать между рисками максимального и минимального уровней. Когда соблюдение этого требования обеспечится, установите заглушку на место и завинтите ее до упора.



Смотровой глазок
для проверки уровня
масла

Рисунок 88 – Изображение индикатора уровня масла

Этап 4. Подключение вакуумного шланга к масс-селективному детектору и отвод выхлопных газов из форвакуумного насоса под тягу или в систему вытяжки

- 1) Задняя стенка масс-селективного детектора показана на рисунке ниже.

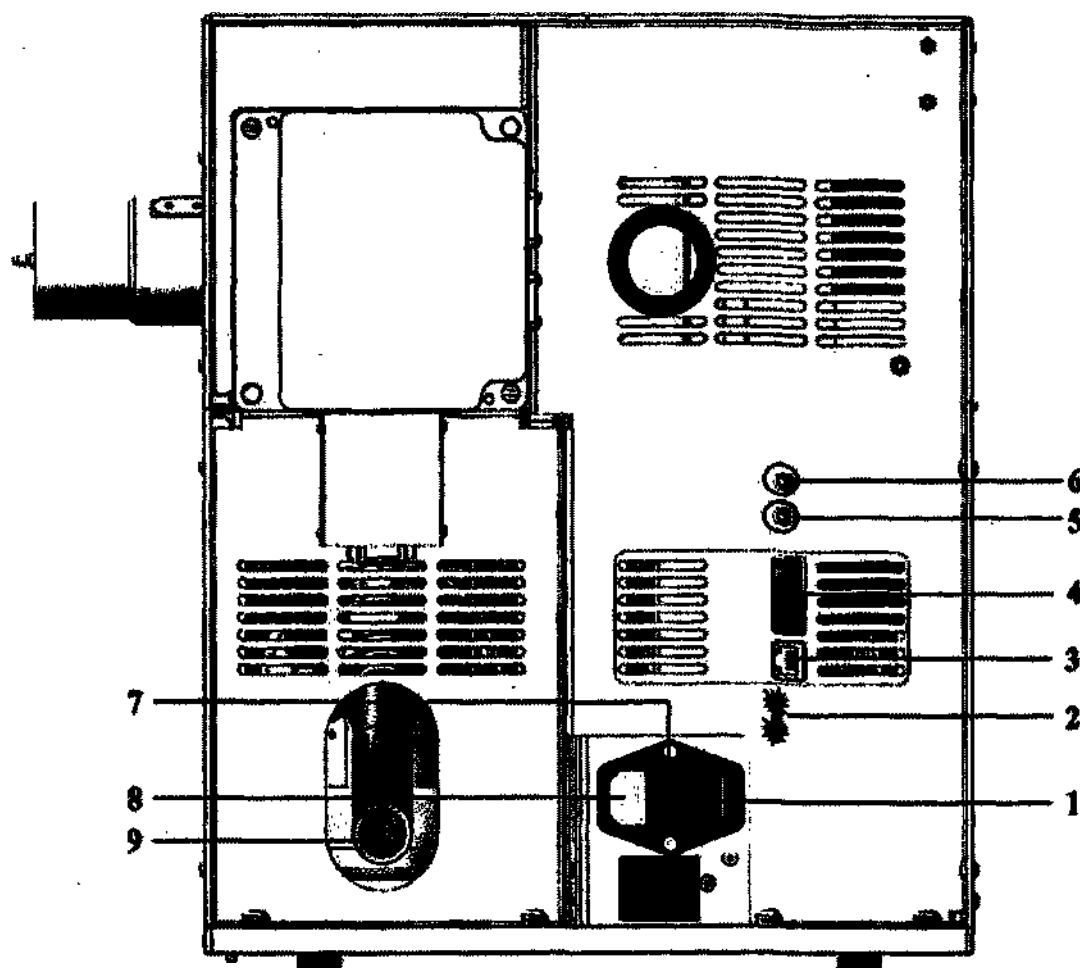


Рисунок 87 – Общий вид задней стенки масс-селективного детектора с разъемами и кнопками: 1 - выключатель питания; 2 - световые индикаторы состояния системы; 3 - гнездо для подключения кабеля, обслуживающего связь с компьютером; 4 - разъем, используемый для передачи сигналов и команд дистанционного управления; 5 - кнопка для возврата электронных схем в исходное состояние; 6 - кнопка для отключения источника бесперебойного питания; 7 - гнездо с держателями предохранителей (2 стеклянных предохранителя на 6,0 А, 5x20 мм); 8 - гнездо для подключения кабеля питания масс-селективного детектора; 9 - патрубок для подключения вакуумного шланга, ведущего от форвакуумного насоса

- 2) Вакуумный шланг, ведущий от форвакуумного насоса, насадите на патрубок, обозначенный позицией 9. Зафиксируйте обжимным кольцом.
- 3) Другой кусок аналогичного вакуумного шланга подсоедините (с помощью соответствующих фланцевых соединителей) к выходной части ловушки, защищающей от попадания паров масла в атмосферу. Второй конец этого вакуумного шланга заведите под тягу или подсоедините к системе вытяжки.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Выполнение требований п. 3, приведенного на предыдущей странице, необходимо для защиты персонала лаборатории от попадания под воздействие биологически опасных или токсичных веществ, которые могут присутствовать в выхлопных газах форвакуумного насоса. Требуется соблюдать принятые местные правила техники безопасности и защиты окружающей среды.

Этап 5. Подключение кабелей к задней стенке масс-селективного детектора

- 1) Убедитесь, что питание основного блока хроматографа и компьютера выключено.
- 2) Кабель, используемый для передачи сигналов и команд дистанционного управления, подсоедините к разъему, обозначенному позицией 4 (см. рисунок, приведенный на предыдущей странице). Другой конец этого кабеля подсоедините к соответствующему разъему основного блока хроматографа (разъему Remote [дистанционное управление]).

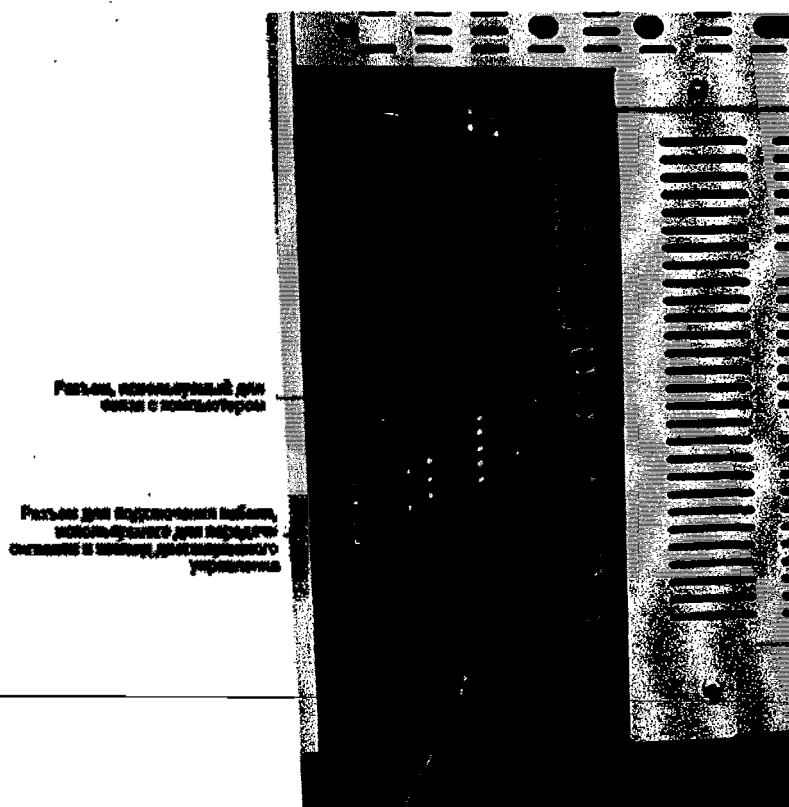


Рисунок 88 – Общий вид разъемов на задней стенке основного блока хроматографа

- 3) Кабель, соединяющий основной блок хроматографа с компьютером, следует от компьютера отключить и подсоединить к одному из гнезд дополнительно установленного коммутатора сети.
- 4) Другим кабелем, предназначенным для связи по сети Ethernet, следует соединить гнездо, обозначенное позицией 3 на рисунке, приведенном на предыдущей странице, к другому гнезду коммутатора сети.
- 5) Еще одно гнездо этого коммутатора следует подключить (соответствующим кабелем) к гнезду LAN компьютера.
- 6) Кабель питания коммутатора сети включите в сетевую розетку.
- 7) Во время установки прибора, инженер компании Интерлаб обеспечит настройки связи и основного блока хроматографа, и масс-селективного детектора с компьютером.

ПРИМЕЧАНИЕ - На этом этапе установки оборудования, масс-селективный детектор еще не включается. Пока, кабель питания к масс-селективному детектору не подключайте.

8) Включите основной блок хроматографа и компьютер.

Подготовка капиллярной колонки

Капиллярная колонка, предназначенная для решения прикладной хроматографической задачи, поставляется вместе с прибором. Аккуратно достаньте колонку из коробки и положите на стол. Обратите внимание на то, что к колонке приложена сопроводительная документация. Ее требуется сохранить (как правило, ее оставляют в той коробке, из которой колонка была вынута). Обратите внимание на то, что каждая колонка имеет свой индивидуальный заводской номер.

Для работы с масс-селективным детектором предназначены колонки, последней частью названия которых имеются буквы MS. Колонки такого типа характеризуются очень малой степенью уноса неподвижной фазы (ради защиты источника ионов от загрязнений). Концы колонки закрыты заглушками, предотвращающими отравление неподвижной фазы попаданием воздуха из окружающей атмосферы. Один конец колонки подсоединяется к испарителю для капиллярной колонки; другой - к интерфейсу (устройству сопряжения с масс-селективным детектором). В отличие от колонок, предназначенных для жидкостной хроматографии, входной частью колонки может быть любая (левая или правая). Но, как правило, владельцы прибора подсоединяют к испарителю левую часть колонки, а к масс-селективному детектору - правую.

Типичная капиллярная колонка показана на следующей странице.

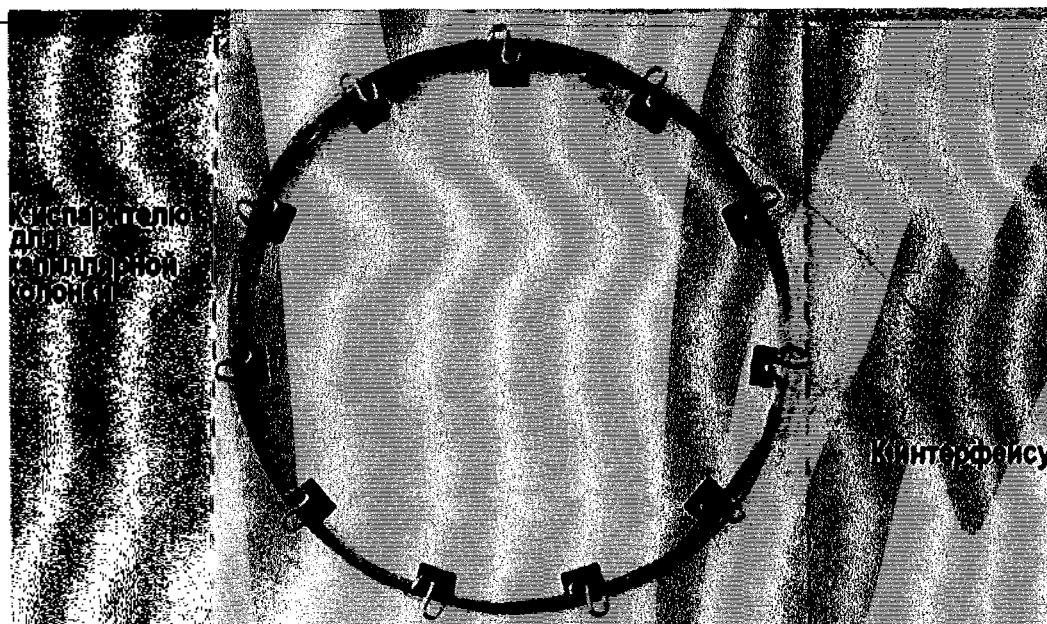


Рисунок 89 – Общий вид капиллярной колонки

- 1) Удалите заглушку с того конца колонки, который будете подсоединять к испарителю, и высвободите (примерно) 20 см колонки.

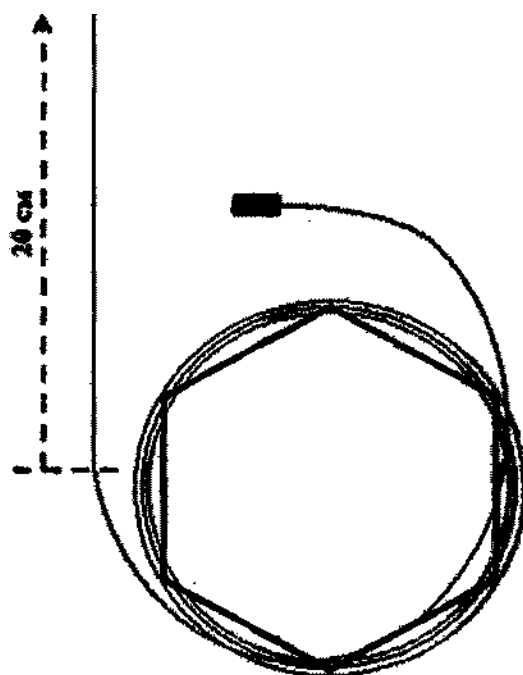


Рисунок 90 – Схематичное изображение капиллярной колонки с заглушкой

- 2) Разместите колонку на рамке, установленной в термостат, таким образом, чтобы входной конец колонки мог быть подведен к испарителю для капиллярной колонки. Обратите внимание на то, что никакая часть установленной колонки не должна касаться стенки термостата (нарушение этого требования может привести к неправильному распределению температур [что ухудшит качество хроматографического разделения] и даже к повреждению защитного полиимидного покрытия колонки острыми краями поверхности термостата).

Обратите внимание на то, что колонку следует расположить в термостате таким образом, чтобы легко можно было ознакомиться с надписями на этикетке (см. следующий рисунок).

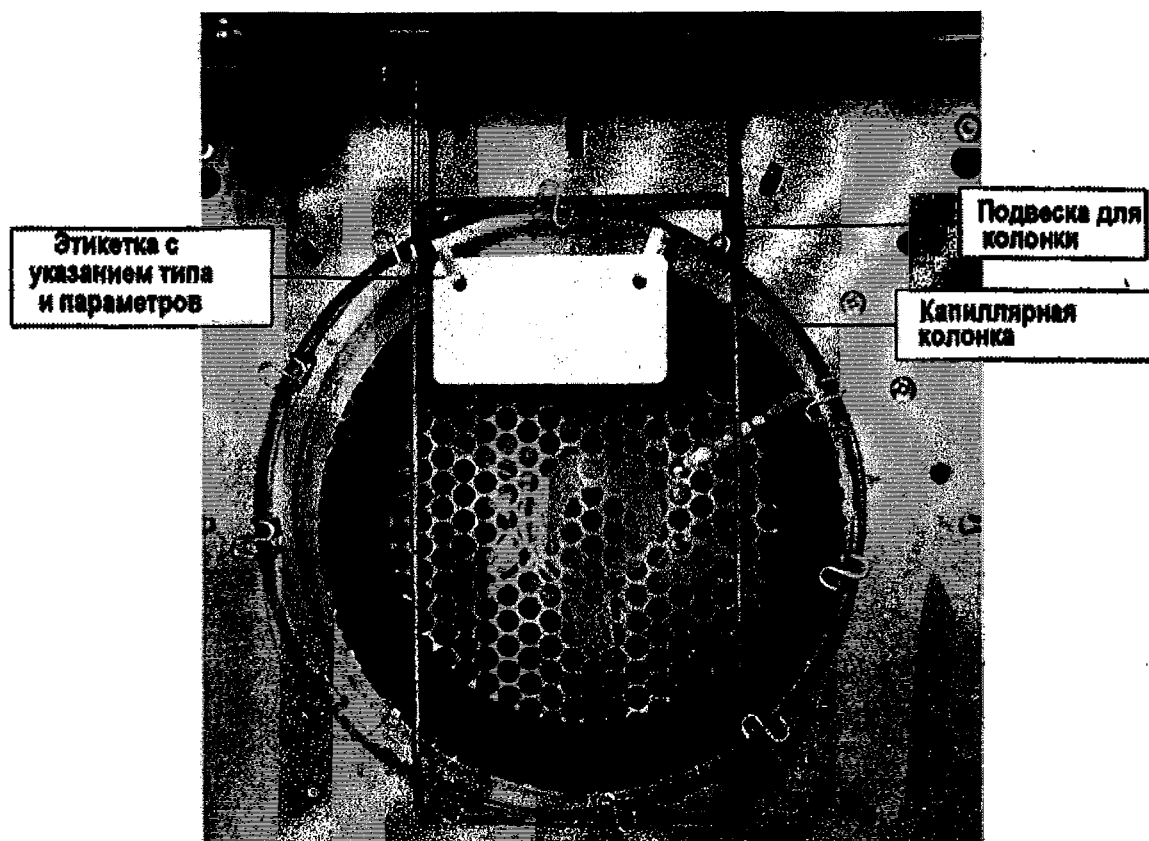


Рисунок 91 – Общий вид капиллярной колонки с этикеткой

Подсоединение капиллярной колонки к испарителю для капиллярной колонки

Требуемые материалы:

- Капиллярная колонка HP-5MS (30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм) [R-13423]
- Керамический резак (ЕСМ7.004.001)
- Ферула 1/16 0,5 мм (ЕСМ7.116.002)
- Перчатки, не оставляющие волокон (не поставляются в составе хроматографа)
- Гайка для колонки (ЕСМ8.081.001)
- Увеличительное стекло (не поставляется в составе хроматографа)
- Септа (ЕСМ7.112.003)

- 1) К испарителю для капиллярной колонки подключайте левый конец колонки.
- 2) Насадите на колонку септу, гайку для колонки и ферулу (так, как показано на рисунке). Конусная сторона ферулы должна быть обращена к концу колонки.

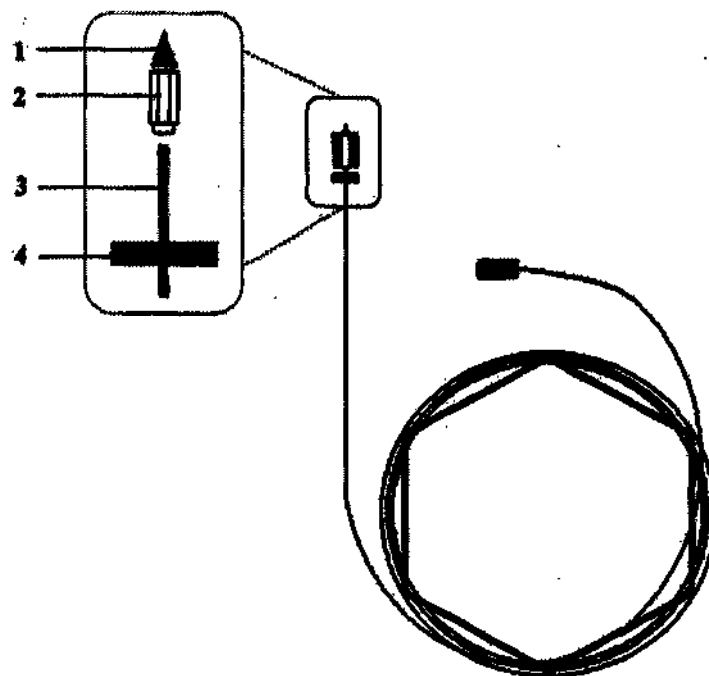


Рисунок 92 – Схематичное изображение правильного расположения септы, гайки для колонки и ферулы на капиллярной колонке: 1 - ферула; 2 - гайка для колонки; 3 - капиллярная колонка; 4 - септа

- 3) Сдвиньте ферулу, гайку и септу глубже на колонку (чтобы высвободить кусок колонки с длиной около 5 см). Керамическим резак нанесите насечку на расстоянии 1 - 2 см от конца колонки, после чего этот обрезаемый конец отломите.

ПРИМЕЧАНИЕ – Для получения насечки в нужном месте, однократно проведите острым ребром керамического резак, подведя этот резак к колонке под углом около 45° . Цель этой операции – получить надрез на защитной полиимидной пленке кварцевой колонки. После этого конец колонки обламывается нажатием большим пальцем. Необходимо следить за тем, чтобы колонка оказалась обрезанной под углом 90° .

- 4) Воспользовавшись увеличительным стеклом, убедитесь, что получен ровный срез под углом в 90° . См. рисунок, приведенный на следующей странице). Если срез оказался не ровным (и не перпендикулярным), повторите процедуру.

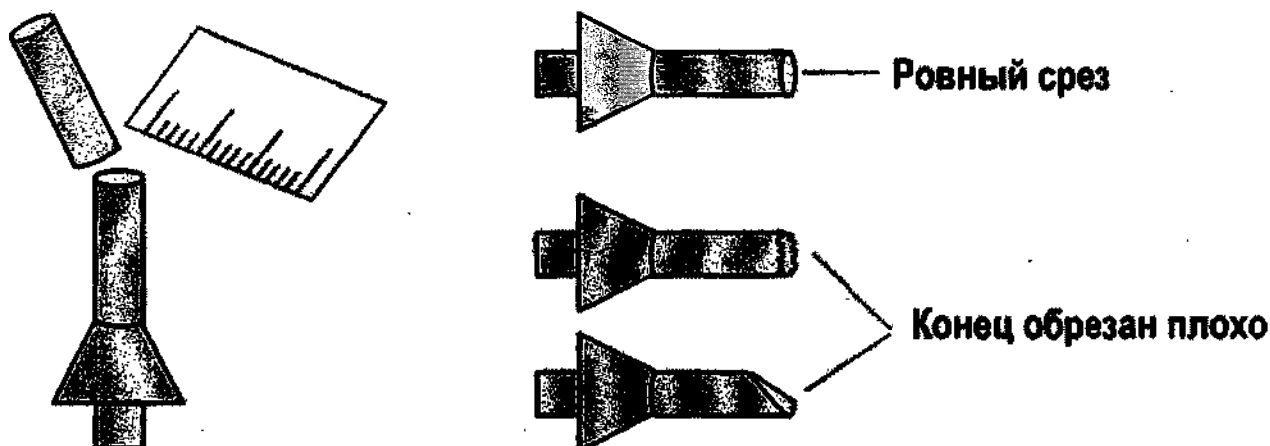


Рисунок 93 – Указания по правильной обрезке конца капиллярной колонки

- 5) Обрезанный конец колонки протрите мягкой салфеткой, не оставляющей волокон, и смоченной метанолом.
- 6) С помощью перемещения септы, добейтесь, чтобы расстояние между ферулой и концом колонки попало в диапазон от 4 до 6 мм (как показано на приведенном ниже рисунке).



Рисунок 94 – Изображение правильного расположения ферулы относительно конца колонки

- 7) Введите конец колонки в испаритель для капиллярной колонки. После этого, придерживая колонку за септу, затяните соединительную гайку пальцами до упора.
- 8) Гаечным ключом, дополнительно доверните гайку для колонки. Как правило, достаточно поворота на 1/4 оборота. Колонка должна оказаться надежно зафиксированной.

ПРИМЕЧАНИЕ – Не затягивайте гайку избыточно. Нарушение этого правила может привести к деформации ферулы и повреждению самой колонки.

- 9) Снимите заглушку с противоположного конца колонки (того, который будет подключаться к масс-селективному детектору).
- 10) Включите основной блок хроматографа. С помощью программного обеспечения «Маэстро» (или с помощью клавишного пульта самого основного блока хроматографа) укажите длину, внутренний диаметр и толщину пленки фазы установленной колонки. Чтобы указать эти параметры с помощью программы «Маэстро», нужно нажать клавишу Конфигурация на странице с заголовком Колонка (ближняя).

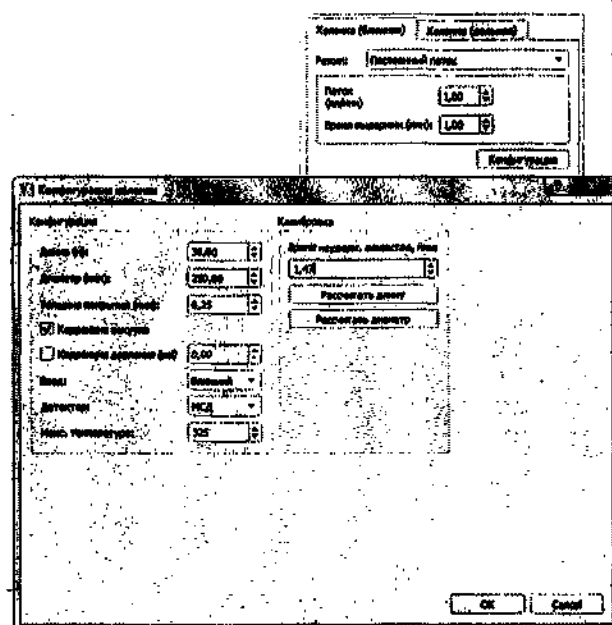


Рисунок 95 – Диалоговое окно настройки параметров капиллярной колонки

- 11) Задайте требуемую скорость потока газа через колонку в поле Поток (мл/мин) [см. приведенный выше рисунок]. Убедитесь, что газ проходит через колонку. Для этого, погрузите свободный конец колонки на 2 - 3 см в изопропанол или этанол. Правильность установки колонки будет подтверждена видимым устойчивым потоком выходящих из колонки пузырьков.
- 12) Удалите конец колонки из растворителя. Закрепите его в термостате (на рамке с колонкой) и пропускайте гелий через колонку (продувайте колонку) в течение 10 - 40 минут (согласно указаниям таблицы, приведенной ниже).

Скорость потока газа-носителя (гелия) на этапе продувки колонки до подсоединения ее к масс-селективному детектору

Таблица 11 – Требуемая минимальная скорость потока газа при продувке колонки

Внутренний диаметр колонки (мм)	Минимальная скорость потока газа (мл/мин)	Минимальная продолжительность продувки (минуты)
0,25	1,0	25

ПРИМЕЧАНИЕ – Продувка колонки производится для удаления всех следовых количеств кислорода и влаги из испарителя для капиллярной колонки и

непосредственно из хроматографической колонки. Такую продувку нужно выполнять до включения нагрева колонки (чтобы избежать повреждения неподвижной фазы в колонке, возможного при повышенных температурах).

ПРИМЕЧАНИЕ – Для предотвращения попадания кислорода и влаги в систему (соответственно, для избежания и повреждения колонки), канал организации потока газа в хроматографе должен быть абсолютно герметичен. Поэтому, во время продувки рекомендуется дополнительно проверить отсутствие утечек из-под гайки, подсоединяющей колонку к испарителю, с помощью электронного течеискателя.

13) После завершения продувки, колонку необходимо кондиционировать. Лишь после этого можно будет ее подсоединить к масс-селективному детектору.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! На этом этапе, подсоединять колонку к масс-селективному детектору запрещено!

Кондиционирование капиллярной колонки

Во избежание избыточной степени уноса неподвижной фазы из колонки все новые колонки приходится предварительно кондиционировать (чтобы не допускать загрязнения источника ионов масс-селективного детектора).

Продолжительность и температура кондиционирования зависят от свойств неподвижной фазы, от толщины пленки неподвижной фазы, от допустимой (для колонки) температуры и от вида подлежащих решению хроматографических задач.

В приведенной далее таблице указаны условия кондиционирования капиллярных колонок.

Таблица 12

Длина колонки (м)	Толщина пленки фазы (мкм)	Приблизительная продолжительность кондиционирования	
		(минуты)	(часы)
30	0,1 - 0,25	30	0,5
	0,5 - 1,0	45	0,5
	1,0 - 1,5	60	1
	1,5 - 3,0	90	1,5

Процедура кондиционирования капиллярной колонки

14) С помощью программного обеспечения «Маэстро» (или с помощью клавишного пульта основного блока хроматографа) задайте исходную температуру термостата 40 °С; линейный подъем температуры со скоростью 10 °С/мин до максимального разрешенного уровня нагрева (эта максимальная температура должна быть на 10 °С ниже максимально допустимой температуры колонки).

Термостат				
☒ Термостат вкл.		Время стабилизации (мин): 1,00		
#	Скорость (°C/мин)	Темпер. (°C)	Удерж. (мин)	Оконч. (мин)
Начальн.		40	0,50	0,50
Шаг 1	10	300	3,30	30,00
Шаг 2	0			
Шаг 3				
Шаг 4				
Шаг 5				
Шаг 6				
Конечн.		0	0,00	30,00

Рисунок 96 – Диалоговое окно настройки параметров термостата в программном обеспечении «Маэстро»

- 15) Нагрейте испаритель для капиллярной колонки до подходящей температуры (обычно, 240 °C). Во всяком случае, эта температура должна оказываться на 10 °C ниже максимально допустимой температуры колонки.
- 16) Нажатием клавиши запуска на клавишном пульте основного блока хроматографа (клавиша с символом компании Интерлаб), запросите выполнение заданной термостату программы изменения температуры.
- 17) После того, как температура термостата достигнет максимального значения, сохраняйте эту температуру в течение периода времени не менее 30 минут. Управление с помощью программного обеспечения «Маэстро» обеспечит такую выдержку автоматически.
- 18) Охладите термостат и испаритель для капиллярной колонки. Сделать это можно с помощью клавишного пульта основного блока хроматографа или с помощью программного обеспечения «Маэстро» (задав температуры, равные [например] 20 °C). Дверь термостата на основном блоке хроматографа при этом оставляйте закрытой (открывание двери никак не ускорит охлаждение).
- 19) При постоянном потоке гелия через колонку, подготовьте выходной конец колонки к подсоединению к масс-селективному детектору.

ПРИМЕЧАНИЕ – Для защиты системы от возможного попадания влаги, кислорода или других примесей из баллона с газом, рекомендуется установка специальных газовых фильтров.

ПРИМЕЧАНИЕ – На всех этапах подключения хроматографической колонки необходимо работать в чистых химически стойких перчатках, не оставляющих волокон и не содержащих талька.

Подсоединение капиллярной колонки к масс-селективному детектору

Необходимые материалы:

- Капиллярная колонка HP-5MS (30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм) [R-13423]
- Керамический резак (ECM7.004.001)

- Ферула 1/16 0,8 мм (GR.27064)
- Перчатки, не оставляющие волокон
- Гайка крепления колонки (GR.20643)
- Увеличительное стекло
- Септа (ЕСМ7.112.003)
- Пинцет (ЕСМ.005.001)

ПРИМЕЧАНИЕ – Описанные далее операции необходимо выполнять лишь после завершения кондиционирования колонки.

- 1) До установки или замены капиллярной колонки, масс-селективный детектор требуется выключить.
- 2) Извлеките узел с источником ионизации из передней части масс-селективного детектора.

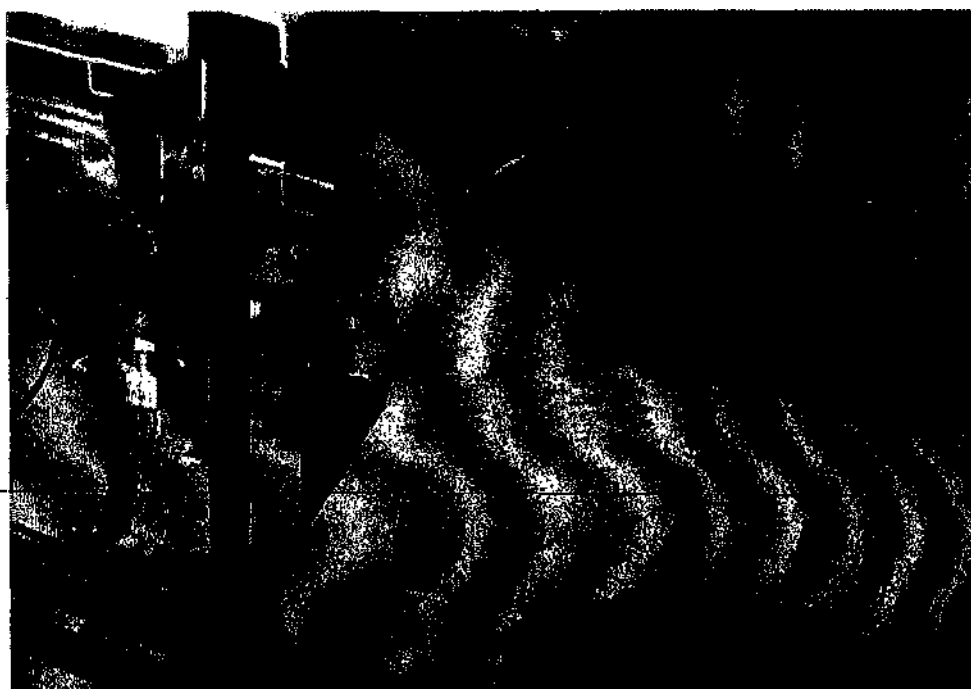


Рисунок 97 – Правильное положение рук при извлечении узла с источником ионизации масс-селективного детектора

- 3) Правый конец хроматографической колонки (выход колонки) должен быть подсоединен к интерфейсу (устройству сопряжения с масс-селективным детектором).
- 4) Высвободите кусок колонки с длиной около 50 см. После чего насадите на эту часть колонки прокладку, соединительную гайку и ферулу (так, как показано на рисунке 99).

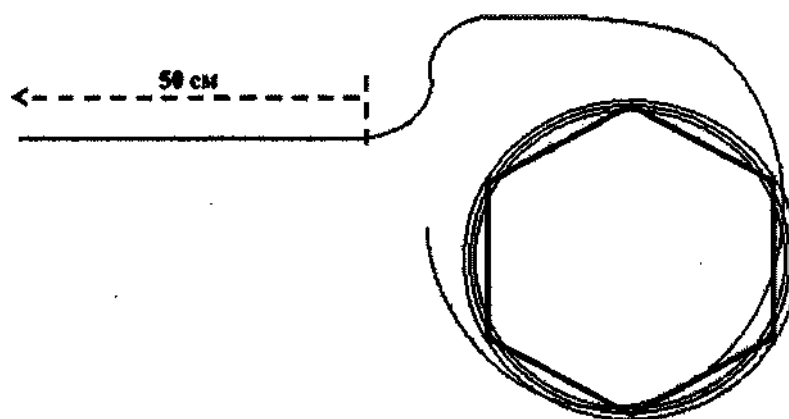


Рисунок 98 – Схематичное изображение капиллярной колонки с указанием необходимой длины свободного конца колонки

Обратите внимание на относительную ориентацию ферулы; коническая ее часть должна быть обращена к гайке!

ПРИМЕЧАНИЕ - Феррула GR.27065 отличается от феррулы, используемой для подключения к испарителю для капиллярной колонки (т.е. от феррулы ЕСМ7.116.002) тем, что изготовлена не из графита, а из графитизированного вспела. Графитовая феррула (ЕСМ7.116.002) не создает выдерживаемого вакуум уплотнения. Следите за тем, чтобы эти феррулы случайно не спутать!

ПРИМЕЧАНИЕ – Все феррулы для капиллярных колонок рекомендуется перед установкой кондиционировать. Для этого, их помещают в термостат хроматографа и выдерживают при температуре около 300 °С в течение нескольких часов. Когда Вы откроете крышку термостата хроматографа, станут видны нагреваемые части отсека, имеющие вид нескольких лотков (находятся в зоне у переднего ребра нижней части термостата). Рекомендуется помещать (в такой "лоток") на все время эксплуатации хроматографа несколько запасных феррул. Иногда туда же кладут и несколько запасных септ (ЕСМ7.112.003). При обычной эксплуатации хроматографа (т.е. при выполнении хроматографических анализов) таким образом размещаемые запасные детали "кондиционируются" (т.е. избавляются от загрязнения летучими веществами, способными увеличивать уровень шума и создавать помехи на хроматограммах и спектрограммах).

- 5) С помощью керамического резака, отрежьте и выбросьте кусок колонки с длиной около 1 см. Для получения указаний по такой обрезке, см. стр. 132 - 133. Если срез получился не перпендикулярным и не ровным, повторите процедуру.
- 6) Оставшийся конец колонки протрите мягкой, не оставляющей волокон, салфеткой, смоченной метанолом. Такая протирка гарантирует очистку перед введением этой части колонки в устройство сопряжения.

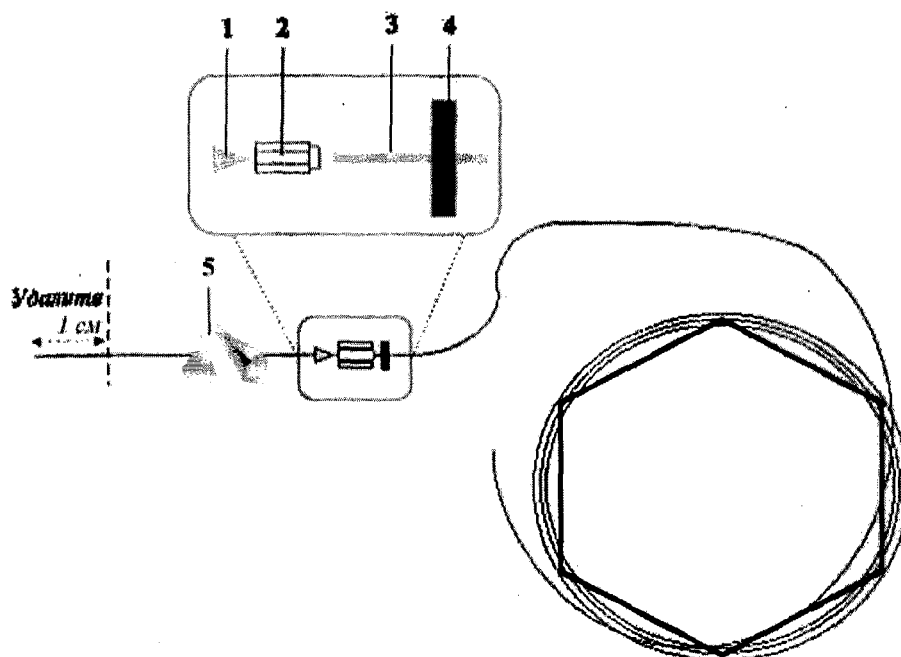


Рисунок 99 – Указания по правильной установке феррулы, гайки для подсоединения колонки и септы к капиллярной колонке: 1 - феррула GR.27064; 2 - гайка для подсоединения колонки (GR.20643); 3 - капиллярная колонка; 4 - септа; 5 - салфетка, смоченная метанолом

- 7) Введите конец колонки в интерфейс (со стороны термостата хроматографа). Конец колонки должен пройти через канал интерфейса до выходной части этого канала (до выхода в источник ионов).

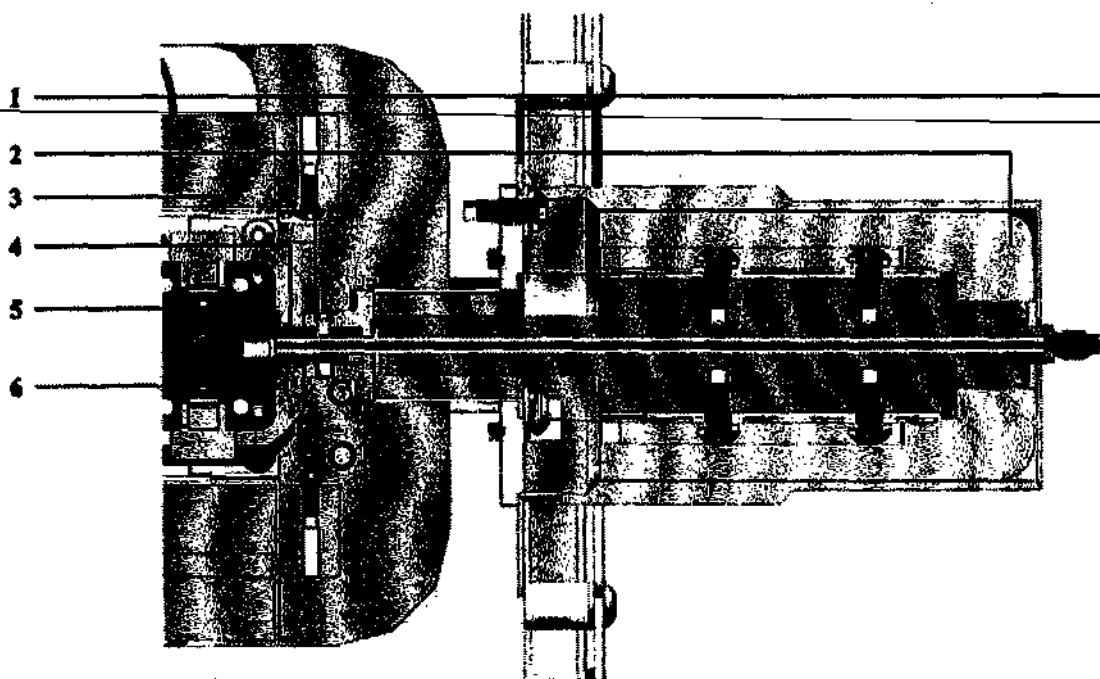


Рисунок 100 – Схематичное изображение правильного подключения капиллярной колонки к интерфейсу (устройству сопряжения): 1 - капиллярная колонка; 2 - интерфейс (устройство сопряжения газового хроматографа с масс-селективным детектором); 3 - вакуумная камера; 4 - пружина между источником ионов и интерфейсом (находится в сжатом состоянии); 5 - источник ионов; 6 - положение конца капиллярной колонки

- 8) Плоской поверхностью пинцета (со стороны передней части масс-селективного детектора), отожмите пружину устройства сопряжения и добейтесь упора конца колонки в пинцет. Таким образом будет гарантировано погружение конца колонки в интерфейс (устройство сопряжения) на нужную глубину.

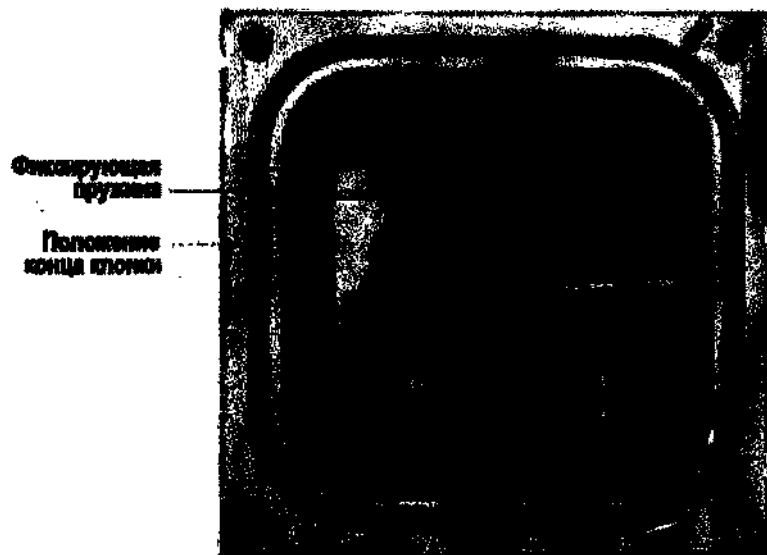


Рисунок 101 – Изображение правильного положения конца колонки в интерфейсе (устройстве сопряжения)

- 9) Внутри термостата пальцами затяните гайку крепления колонки до упора. Такая степень затягивания обеспечит фиксирование колонки, но оставит возможность немного колонку сдвинуть. Затем, уберите пинцет (чтобы пружина высвободилась) и поверните эту гайку ключом (гаечным ключом на 1/4 дюйма и 5/16 дюйма). Убедитесь, что при таком затягивании положение конца колонки не изменилось. Кроме того, убедитесь, что колонка не касается стенок термостата.

- 10) Введите узел с источником ионов в вакуумную камеру. Затяните винты, фиксирующие этот узел.



Рисунок 102 – Указания по установке источника ионов в вакуумную камеру масс-селективного детектора

- 11) Убедитесь, что основной блок хроматографа включен и обеспечивает поток гелия через колонку со скоростью 1 мл/мин. Установите режим деления потока в соотношении 50:1 (суммарная скорость потока окажется равной 54

мл/мин). Чтобы сделать это с помощью программного обеспечения «Мазстро», на странице с закладкой Ближний испаритель запишите цифру 50 в поле Коэфф под заголовком Деление. Можно поступить и иначе: задать деление потока с помощью клавишного пульта основного блока хроматографа.

- 12) Подключите кабель питания к гнезду, расположенному на задней стенке масс-селективного детектора. Вилку этого кабеля подключите к сетевой розетке.
- 13) Подключите кабель питания форвакуумного насоса к сетевой розетке, имеющейся на задней стенке масс-селективного детектора.
- 14) Включите масс-селективный детектор так, как пояснено на рисунке далее.

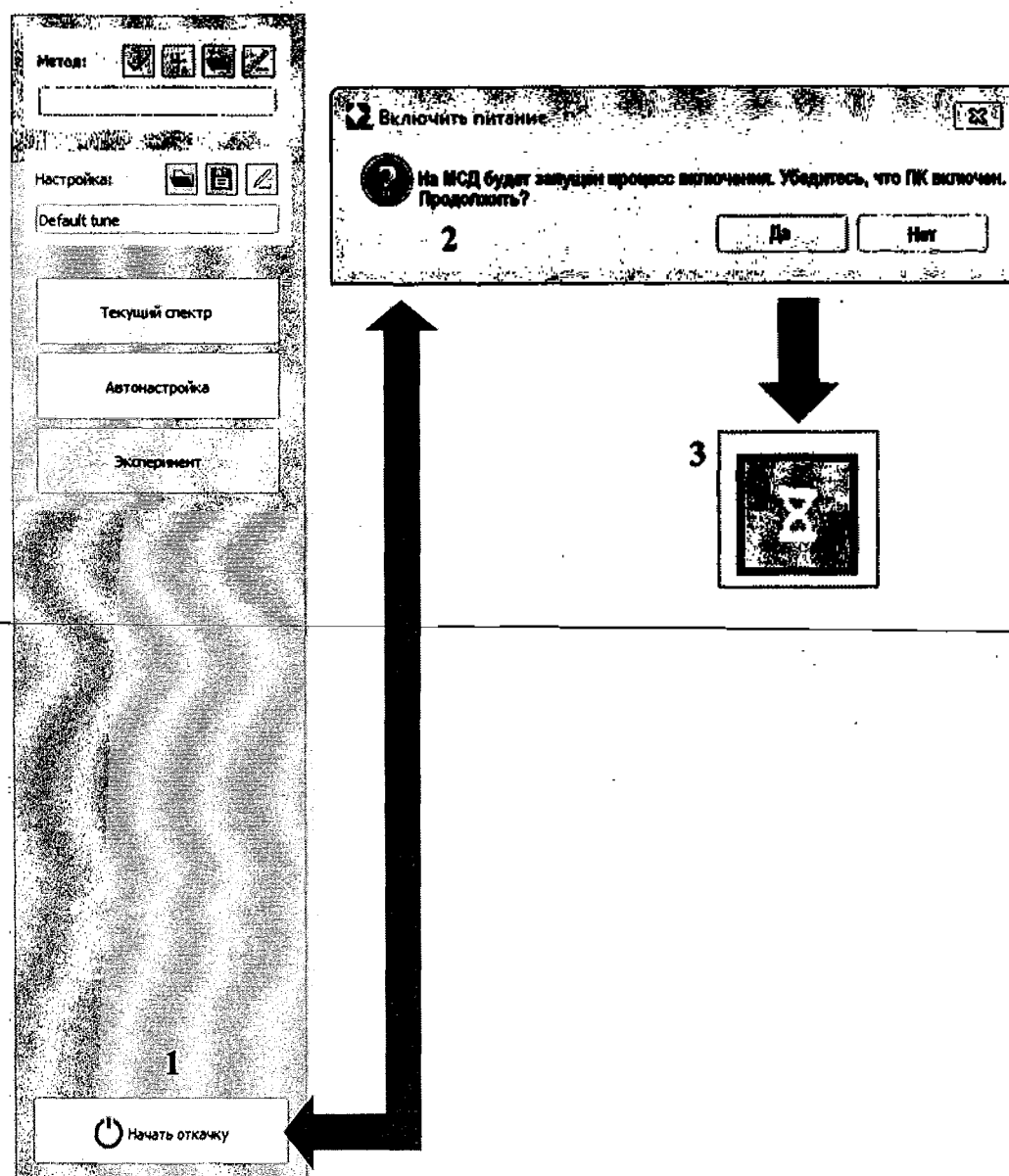


Рисунок 103 – Диалоговое окно включения масс-селективного детектора: 1 - клавиша, нажатием которой начинается создание разрежения в масс- селективном детекторе; 2 - появляющийся на экране запрос подтверждения запуска масс-селективного детектора; 3 - символическое изображение, показывающее что начато создание нужной степени разрежения.

- 15) Не раньше, чем через 2 часа после включения масс-селективного детектора,

оцените состояние вакуумной системы и ее герметичность. Проверка герметичности системы более подробно описана далее.

Проверка герметичности системы

В масс-селективном детекторе должна быть создана высокая степень разрежения. Если система не герметична, добиться этого не удастся и прибор не будет работать правильно. Чтобы гарантировать получение надежных результатов анализа, рекомендуется периодически проверять герметичность системы.

- 1) Воспользовавшись программным обеспечением «Мазстро», перейдите к режиму просмотра спектрограммы в реальном масштабе времени. Для этого нажмите клавишу Текущий спектр.
- 2) Настройте испаритель для капиллярной колонки на работу с делением потока 50:1 (при этом суммарная скорость потока будет равна 54 мл/мин).

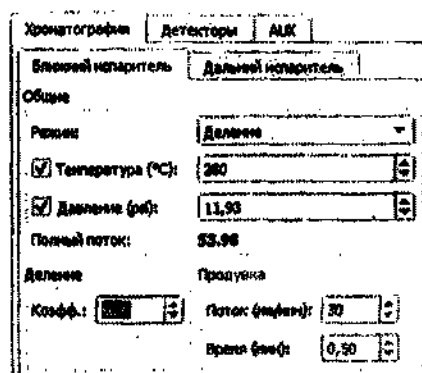


Рисунок 104 – Настройка параметров испарителя в программном обеспечении «Мазстро»

- 3) Выберите функцию Воздух/вода.
- 4) Следите за интенсивностью следующих пиков: m/z 69 (контрольный пик PFTBA); m/z 18 (вода); m/z 28 (азот) и m/z 32 (кислород).

ПРИМЕЧАНИЕ – Если интенсивность пиков азота и кислорода оказывается больше интенсивности пика воды, это свидетельствует о нарушении герметичности (о проникновении воздуха в систему). Место поступления воздуха должно быть найдено и герметичность следует восстановить. Длительная работа с высоким содержанием остаточного количества воздуха существенно сокращает срок службы нити накала.

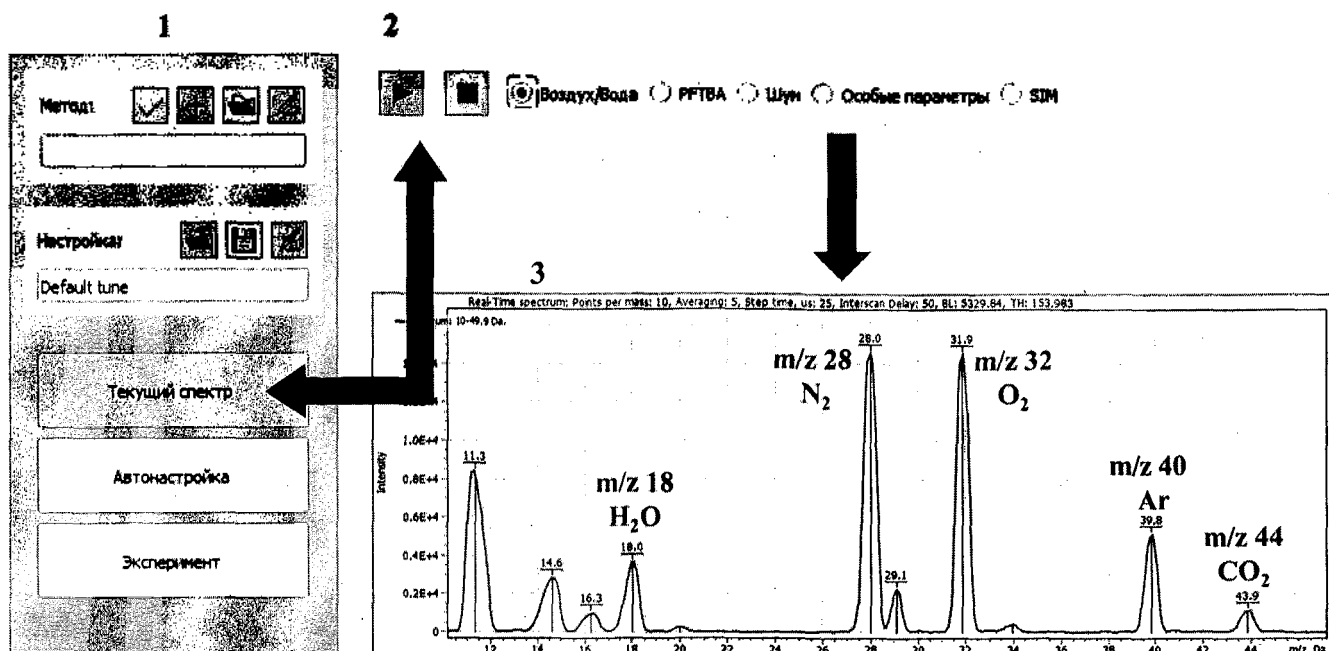


Рисунок 105 – Проверка герметичности с помощью программного обеспечения «Мастер» с использованием PFTBA

Описанная здесь проверка дает возможность следить за наличием остаточных количеств ионов, характерных для воздуха (по отношению к интенсивности иона калибровочного перфтортрибутиламина; m/z 69). В частности, показательной является интенсивность ионов с m/z 18 (вода); m/z 28 (азот); m/z 32 (кислород); m/z 40 (аргон) и m/z 44 (CO_2).

О проникновении воздуха в систему свидетельствует природное соотношение азота и кислорода в воздухе (в соотношении, близком к 4:1). Поэтому, если интенсивность кислорода (m/z 32) достигает 25% от интенсивности пика азота (m/z 28), Вы получаете прямое подтверждение наличия воздуха. Обычно, о проникновении воздуха в систему свидетельствует и присутствие интенсивного пика воды [влаги] (m/z 18). В частности, высокие интенсивности этих ионов наблюдаются в течение какого-то времени после того, как был получен доступ в вакуумную камеру (для подключения хроматографической колонки или для выполнения каких-то работ, связанных с техническим обслуживанием). Следует отметить, что дополнительным подтверждением остатка следовых количества воздуха является заметное присутствие ионов с m/z 40 (аргон) и m/z 44 (углекислота).

В случае обнаружения признаков проникновения воздуха в систему, найдите место проникновения и обеспечьте герметичность. Например, возможно попадание воздуха в систему через место подсоединения колонки к интерфейсу (устройству сопряжения с масс-селективным детектором) или к испарителю для капиллярной колонки. Проверку облегчит следующий прием: нанесите шприцем небольшое количество спирта (этанола, метанола) на место подстыковки гайки. Следите за интенсивностью иона с m/z 32. Если интенсивность через какой-то (относительно небольшой период времени) возрастет, можно считать, что место проникновения воздуха обнаружено.

ПРИМЕЧАНИЕ – Воздух может попадать в систему и через сильно изношенную септу испарителя для капиллярной колонки.

- **Отсутствие проникновения воздуха в систему:** интенсивность пика кислорода (m/z 32) менее 25% от интенсивности пика азота (m/z 28).
- **Малая утечка (воздуха попадает мало):** интенсивность пика кислорода (m/z 32) близка к 25% интенсивности пика азота (m/z 28), но меньше 25%. Подтверждается природное соотношение этих компонентов в воздухе (1/4).
- **Средняя утечка:** интенсивность пика кислорода (m/z 32) выше 25% интенсивности пика азота (m/z 28). Необходимо найти место утечки и восстановить герметичность. Продолжительная работа при такой утечке приведет к порче нити накала.
- **Большая утечка:** интенсивность пика кислорода (m/z 32) существенно выше 25% интенсивности пика азота (m/z 28). Проникновение воздуха в систему необходимо немедленно устранить.
- **Очень большая утечка:** Ширина пика кислорода (m/z 32) на уровне базовой линии более 1 Дальтона. При этом, пики воды (m/z 18) и азота (m/z 28) могут оказаться очень малыми или могут совсем не обнаруживаться.

Запуск масс-селективного детектора в работу; выключение масс-селективного детектора

ПРИМЕЧАНИЕ – Перед запуском масс-селективного детектора в работу убедитесь, что обеспечено следующее:

- Хроматографическая колонка установлена
- Давление гелия (по показаниям манометра) не менее 50 бар (если давление ниже этого уровня), баллон требуется заменить заполненным
- Гелий поступает в масс-селективный детектор через хроматографическую колонку
- Начат сеанс работы с программным обеспечением Маэстро

Включение масс-селективного детектора

Выключатель питания находится на задней стенке масс-селективного детектора. См. рисунок, приведенный ниже.

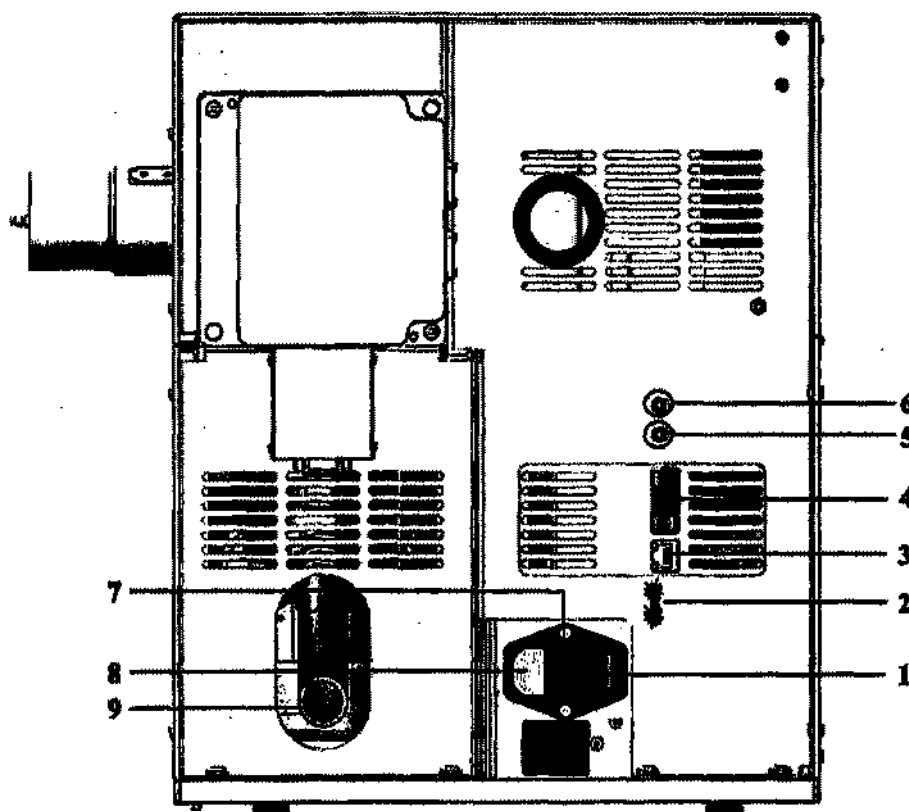


Рисунок 106 – Общий вид задней стенки масс-селективного детектора с выключателем питания (1)

Установите выключатель во включающее положение (I). Убедитесь, что начал светиться дисплей на передней стенке блока масс-селективного детектора. Если этого не произошло, проверьте подключение кабеля питания этого блока к сетевой розетке и наличие напряжения в этой розетке.

Проверка состояния системы

Программное обеспечение «Мазстро» всегда дает возможность проверить состояние включенной системы. В частности, в правом нижнем углу главного выводимого на дисплей изображения имеется символическое указание состояния масс-селективного детектора. См. рисунок, приведенный ниже. Обозначение состояния кодируется видом и цветом символического указания состояния.

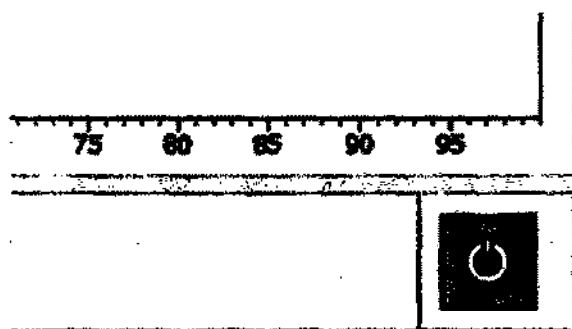


Рисунок 107 – Обозначение символического указателя состояния масс-селективного детектора в диалоговом окне программного обеспечения «Мазстро»

Таблица 13 – Возможные состояния масс-селективного детектора

Обозначение состояния	Состояние	Описание	Символический указатель состояния
Прибор включен	Прибор включен	Питающее напряжение (24 В) подано. Обеспечивается связь со всеми электронными платами и с основным блоком хроматографа	
Ошибка	Обнаружена ошибка	Обнаружена серьезная ошибка (нет связи с какой-то электронной платой; сработала блокировочная система и т.д.)	
Откачка	Создается степень разрежения	Работают насосы; ожидается достижение высокой степени разрежения; в хроматограф загружен специальный метод, обеспечивающий поступление гелия в источник ионов	
Нагрев источника	Режим ожидания завершения разогрева	Достигнута нужная степень разрежения. Разогрев источника ионов до стандартной температуры	
Готов к работе	Система готова	Завершен разогрев источника ионов; температура стабилизировалась. Хроматограф готов к проведению анализов	
Измерение	Производится регистрация	Выполняется анализ образца. Программное обеспечение «Маэстро» принимает регистрируемую информацию и записывает ее в банк данных	
Подготовка к выключению	Подготовка к выключению	Подготовка системы к запуску воздуха в вакуумную камеру (такой запуск пользователь производит вручную)	

Включение масс-селективного детектора и ожидание выхода его на рабочий режим

- 1) После включения питания масс-селективного детектора (когда на все электронные платы подано постоянное напряжение 24 В), в основной печатной плате происходит загрузка программно-аппаратного обеспечения (ПО МСД). Организуется связь с прочими электронными платами масс-селективного детектора, после чего выводится сообщение о состоянии «Готов

к откачке».

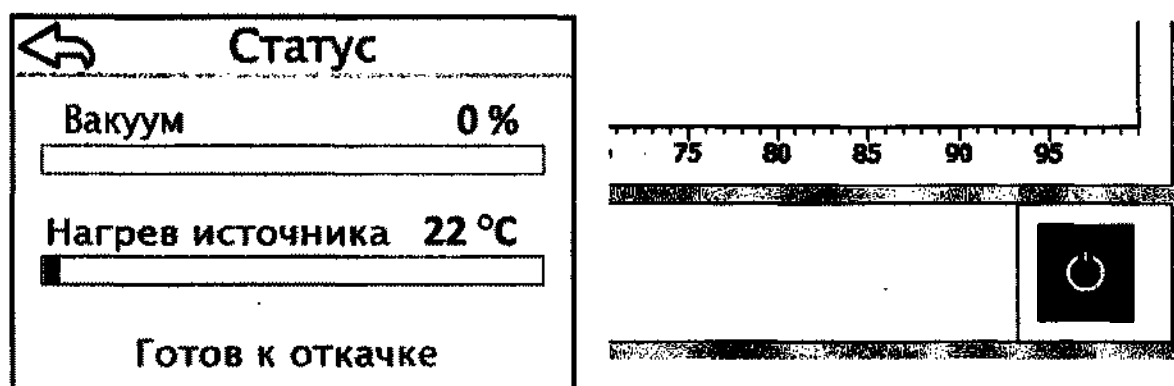


Рисунок 108 – Отображаемые в процессе включения масс-селективного детектора окно статуса в ПО МСД (слева) и указатель состояния масс-селективного детектора в диалоговом окне программного обеспечения «Маэстро»

Итог проверки связи с индивидуальными электронными платами выводится на дисплей масс-селективного детектора и передается программному обеспечению «Маэстро». Если обнаружена ошибка, этим программным обеспечением сообщается вид ошибки и выводится пояснительная информация.



Рисунок 109 – Пример отображения сведений о некорректной работе в окне диагностики ПО МСД

Если обнаружена ошибка, связанная с отсутствием связи с какой-либо платой, выводится сообщение о серьезной ошибке и создание разрежения становится невозможным (из-за наличия риска возможного повреждения масс-селективного детектора).

- 2) Если при диагностической проверке электронной системы ошибок не обнаружено, производится проверка состояния аккумулятора источника

бесперебойного питания. Информация о том, полностью ли заряжена батарея источника бесперебойного питания, показывается в правой части нижней планки изображения (планки, информирующей о состоянии).

74	142	125	6.80	6.80	1.2	8.2	59.7	42.0	3	2.7E-3	1	0
Темп. термистора	Темп. блока, охлаждаемого	Темп. датчик, охлаждаемый	Давл. в баллонах, начальное	Давл. в баллонах, текущее	Поток	Объем потока	Напор в МПа	Темп. источника	ВВП	Состояние	Имя	Время/Мин

Рисунок 110 – Индикатор статуса состояния батареи источника бесперебойного питания масс-селективного детектора

ПРИМЕЧАНИЕ – Компанией ИнтерЛаб рекомендуется эксплуатировать масс-селективный детектор всегда с заряженной батареей источника бесперебойного питания (чтобы избежать внештатных ситуаций при сбоях в работе системе энергоснабжения). С другой стороны, пользователю хроматографа (на его риск) разрешено согласиться с тем, что батарея разряжена и перевести систему в режим готовности к созданию разрежения (т.е. продолжить эксплуатацию масс-селективного детектора при отключенном источнике бесперебойного питания).

- 3) Через дисплей блока масс-селективного детектора или с помощью программного обеспечения «Мазстро» пользователь подает команду приступить к созданию разрежения. Команда запуска, передаваемая через плату, управляющую насосами, и через схемы, управляющие насосами, включает форвакуумный насос. Проверяются показания датчика степени разрежения и, если эти показания оказываются удовлетворительными, включается турбомолекулярный насос.

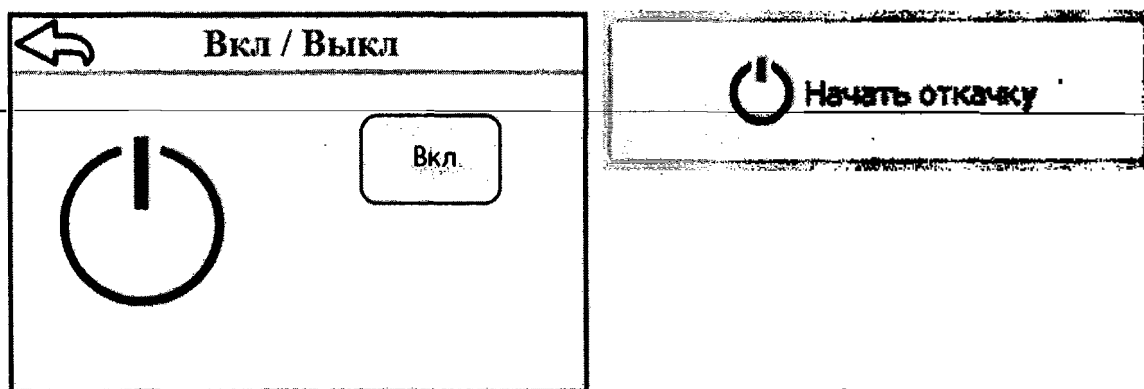


Рисунок 111 – Скриншны диалогового окна ПО МСД, вызываемого для откачки воздуха (слева) и соответствующей кнопки в диалоговом окне программного обеспечения «Мазстро» (справа)

- 4) При создании степени разрежения, система следит за током, потребляемым турбомолекулярным насосом. При падении тока до заданного уровня (но не ранее заданного времени), требуемая степень разрежения считается достигнутой, и включается нагрев источника иона.

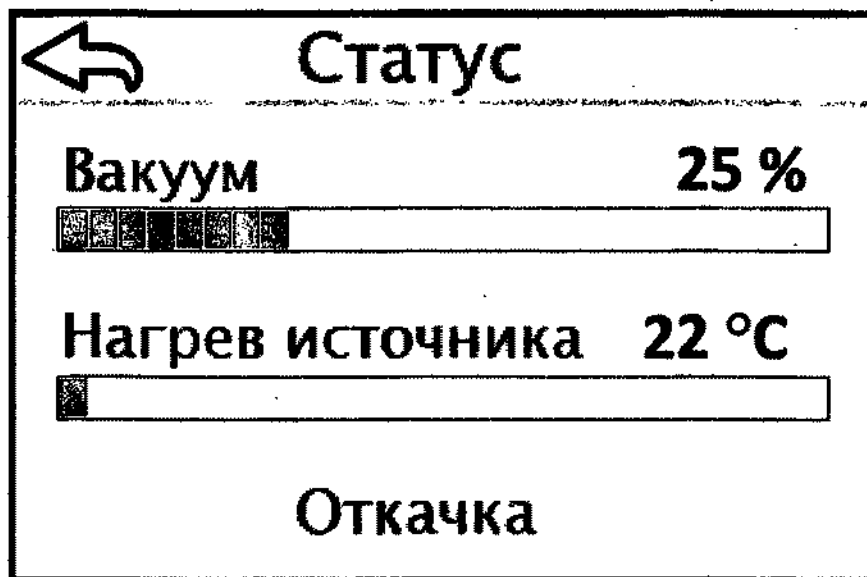


Рисунок 112 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего при включении масс-селективного детектора

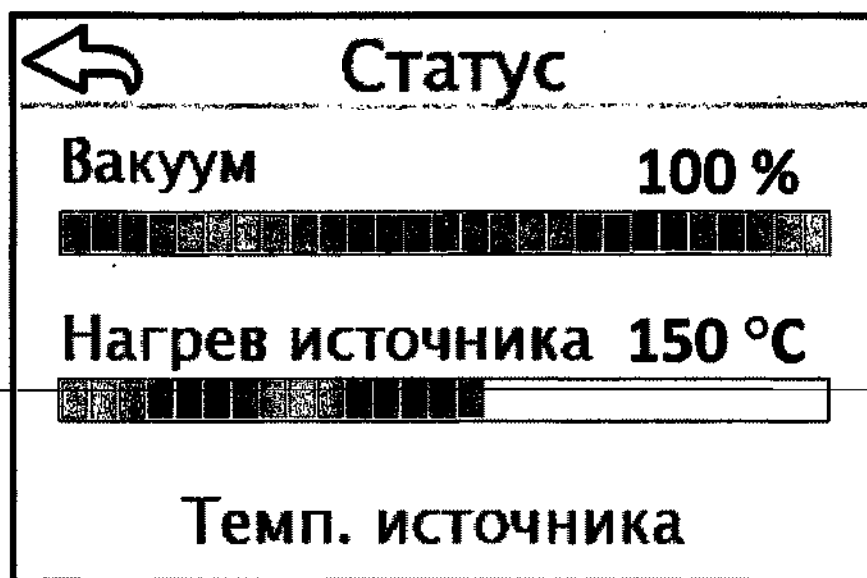


Рисунок 113 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего по окончании создания разрежения и в процессе нагрева источника ионов

- 5) Ради обеспечения нагрева, включаются нагреватели источника ионов. Источник должен разогреться до 230 °C. При достижении заданной температуры, масс-селективный детектор переходит в состояние Готов к работе.

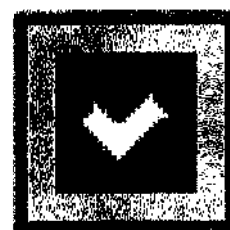
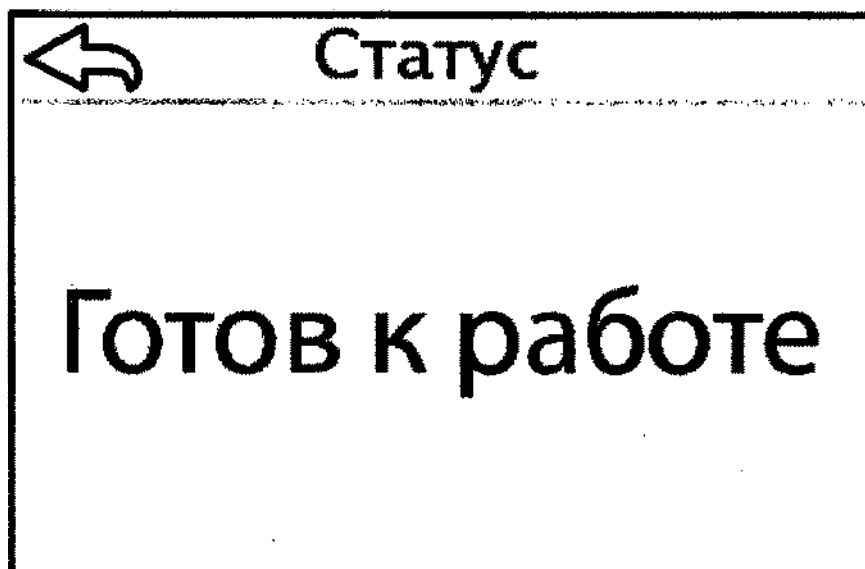


Рисунок 114 – Скрины диалогового окна статуса в ПО МСД при достижении готовности масс-селективного детектора к работе (слева) и соответствующего символического указателя состояния масс-селективного детектора в диалоговом окне программного обеспечения «Мазстро» (справа)

При появлении сообщения о готовности, владелец прибора может уверенно переходить к выполнению анализов.

Выключение масс-селективного детектора

Масс-селективный детектор выключается либо нажатием клавиши **Выключить** в диалоговом окне программного обеспечения «Маэстро», либо нажатием клавиши **Выкл** на экране самого селективного детектора.

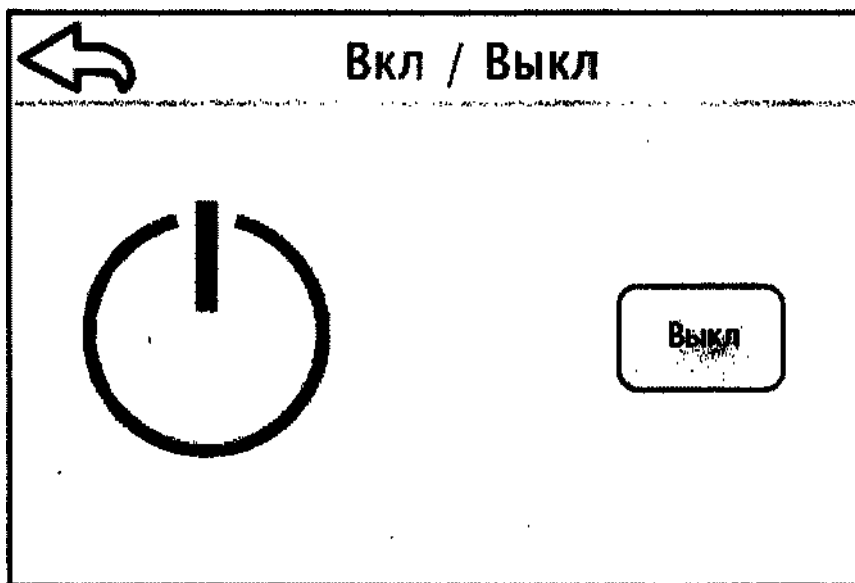


Рисунок 115 – Скрин диалогового окна ПО МСД, вызываемого для выключения масс-селективного детектора, (слева) и кнопки выключения в диалоговом окне программного обеспечения «Маэстро» (справа)

Подается команда охлаждения источника ионов и некоторых других частей хроматографа (в частности, охлаждения интерфейса (устройства сопряжения с масс-селективным детектором) до 100 °С.

Когда температура источника ионов снизится до 150 °С, выключается (по команде с защитной платы) турбомолекулярный насос. См. рисунок, приведенный ниже.

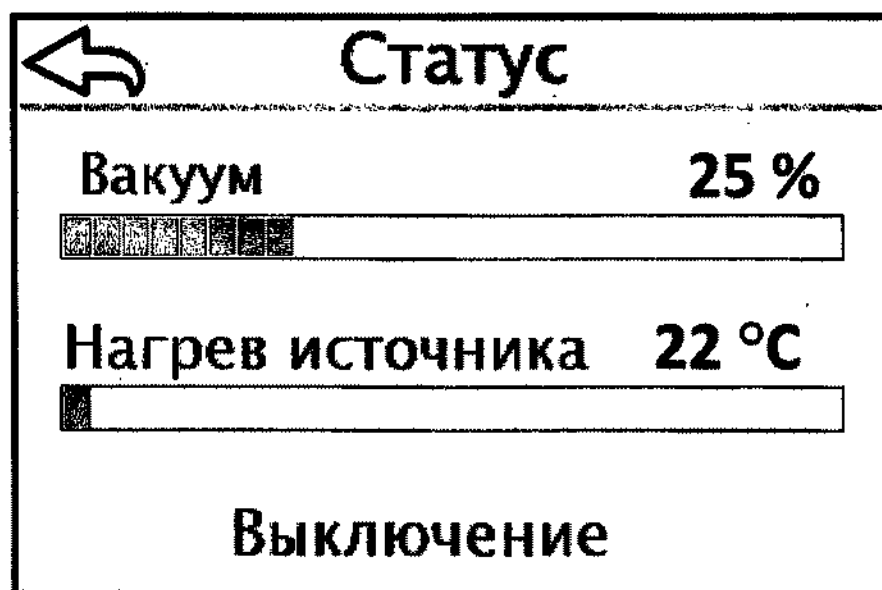


Рисунок 116 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего при снятии разрежения и снижении температуры источника ионов перед выключением масс-

При выключении ПО МСД показывает сведения о степени разрежения и температуре (рисунок выше). Процесс выключения завершается переходом масс-селективного детектора в состояние Готов к откачке. Теперь, можно установить выключатель питания (расположенный на задней стенке масс-селективного детектора) в выключающее положение ("0").

Техническое обслуживание масс-селективного детектора

Пользователь масс-селективного детектора должен самостоятельно проводить описанные ниже регламентные работы по техническому обслуживанию масс-селективного детектора и постоянно следить за состоянием прибора.

 **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!** Ради обеспечения безопасных условий работы, до выполнения любой операции по техническому обслуживанию системы внимательно ознакомьтесь с приведенной далее информацией. Если понадобятся какие-то дополнительные сведения, свяжитесь с сервисным отделом компании ИнтерЛаб через сайт www.interlab.ru.

Периодичность выполнения работ по техническому обслуживанию системы

Здесь указаны только те работы, которые могут выполняться пользователем самостоятельно. Правильное и своевременное техническое обслуживание дает возможность сохранения эксплуатационных характеристик масс-селективного детектора; продления срока его службы и снижения общих затрат на эксплуатацию.

 **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!** Необходимо сохранять все распечатки результатов автоматической настройки масс-селективного детектора в специально отведенной папке (с подшивкой в той последовательности, в какой эти итоги были получены. Такое протоколирование даст возможность следить за изменением состояния масс-селективного детектора и поможет быстрее обнаружить причины возникших затруднений. Кроме того, при возникновении каких-то вопросов, может потребоваться сообщение каких-то данных из протокола настройки тому отделу компании ИнтерЛаб, который занимается сервисным обслуживанием.

  **ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!** Во избежание попадания под воздействие биологически опасных и токсичных веществ, при выполнении всех работ по техническому обслуживанию масс-селективного детектора пользуйтесь индивидуальными средствами защиты: защитными перчатками (не содержащими талька), защитными очками; носите защитный халат.

Таблица 14 – Периодичность выполнения регламентных работ

Вид работ	Еженедельно	Через каждые 6 месяцев	По мере необходимости
Автоматическая настройка масс-селективного детектора			
Чистка источника ионов			
Замена нити накала			
Проверка уровня и состояния масла в форвакуумном насосе			
Пополнение форвакуумного насоса маслом			

Вид работ	Еженедельно	Через каждые 6 месяцев	По мере необходимости
Замена масла в форвакуумном насосе			
Проверка количества РФТВА, оставшегося в пробирке с калибровочным раствором			
Замена изношенных частей			
Смазка уплотнительного кольца узла с источником ионов			
Замена ловушки паров масла			Один раз в год
Замена электронного умножителя			
Перевод форвакуумного насоса в режим газового балласта			



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Ионизации (в источнике ионов) подвергается лишь небольшая часть образца; преобладающее количество выводится форвакуумным насосом, проходит через ловушку паров масла и выводится через шланг под тягу или в систему вытяжки. Масло, имеющееся в форвакуумном насосе, способно загрязняться биологически опасными или токсичными веществами. В конечном счете, оказывается загрязненной и ловушка паров масла. Если обнаруживается, что цвет масла в насосе изменился, отработанное масло следует из насоса слить и уничтожить в соответствии с правилами техники безопасности, принятыми в Вашей организации (после этого, требуется заливка в форвакуумный насос новой порции масла). Аналогичному уничтожению (1 раз в год) подлежит и ловушка паров масла. Следите за тем, чтобы проходящий через ловушку газ отводился под тягу или в вытяжную систему. Нарушение этого требования может приводить к подверженности персонала лаборатории воздействию биологически опасного или токсичного материала.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Любые работы, связанные с техническим обслуживанием и требующие использования опасных (токсичных) растворителей, следует выполнять под тягой.



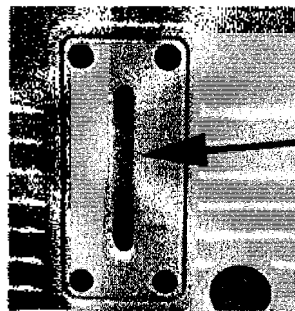
ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! При проведении работ, связанных с техническим обслуживанием электронных узлов масс-селективного детектора, следует соблюдать меры предосторожности для защиты от разрядов статического электричества. Такой разряд способен повредить чувствительные электронные схемы прибора. Наденьте на запястье заземляющий браслет. Провод, ведущий от этого браслета, должен быть подсоединен к металлическому корпусу масс-селективного детектора.

Обслуживание вакуумной системы

В таблице 14 указана периодичность следующих работ, связанных с техническим обслуживанием вакуумной системы:

- Проверка уровня и состояния масла в форвакуумном насосе
- Пополнение форвакуумного насоса маслом
- Замена масла в форвакуумном насосе

Следить за состоянием и уровнем масла дает возможность смотровой глазок.



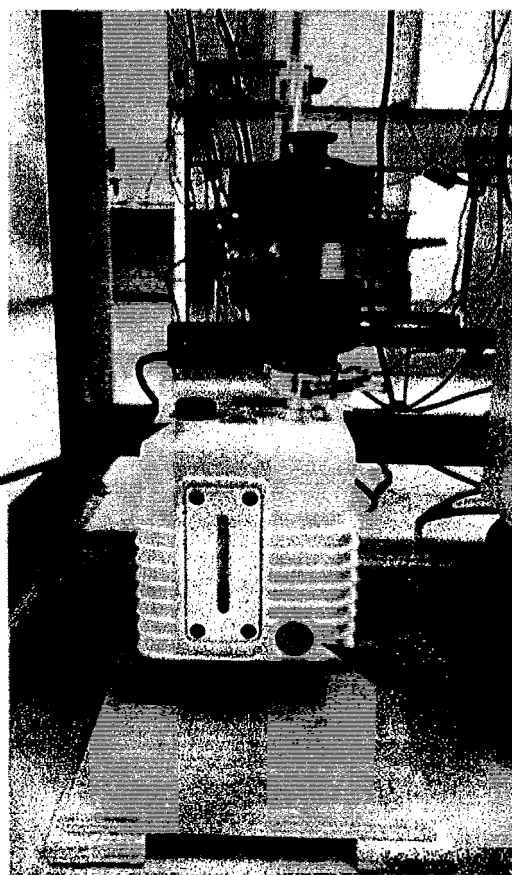
Смотровой глазок
для проверки уровня
масла

Рисунок 117 – Внешний вид индикатора (смотрового глазка) для проверки уровня масла

⚠ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Форвакуумный насос во время работы разогревается до опасно высокой температуры. Во избежание получения ожогов, не касайтесь работающего или только что выключенного насоса.

Дождитесь его полного охлаждения. Если масло изменило цвет, необходимо выключить масс-селективный детектор; полностью слить масло из форвакуумного насоса (для чего нужно дождаться полного охлаждения насоса; после чего подставить лоток под канал слива масла [лоток с емкостью не менее 1 литра]; удалить заглушку канала, используемого для заливки масла, и аккуратно удалить заглушку канала, через который производится слив масла). Дождитесь вытекания всего масла из насоса. Вся слитая порция масла подлежит уничтожению согласно правилам техники безопасности, принятым в Вашей организации!

**Заглушка канала,
используемого для
заполнения насоса
маслом**



**Заглушка канала,
предназначенного
для слива масла**

Рисунок 118 – Внешний вид форвакуумного насоса с указанием заглушки канала для заполнения насоса маслом и заглушки канала для слива масла

Для заполнения насоса новой порцией масла, установите на место заглушку канала, предназначенного для слива масла. После этого, пользуясь воронкой, заливайте в насос свежую порцию масла (номер по каталогу № VPO-46H), следя за уровнем масла (через смотровой глазок). Уровень масла должен оказаться между рисками максимального и минимального уровней. Когда соблюдение этого требования обеспечится, установите заглушку на место и завинтите ее до упора.

Если масло цвет не изменило, но уровень масла приблизился к нижней отметке (имеющейся у смотрового глазка), требуется просто пополнить насос маслом. Необходимо выключить масс-селективный детектор, дождаться полного охлаждения насоса; удалить заглушку канала, используемого для пополнения насосом масла, и (через воронку) добавить нужное количество масла. Затем, можно установить заглушку на место и начать пользоваться масс-селективным детектором (включить его, вывести на рабочий режим и т.д.).

Еще одной работой, связанной с обслуживанием форвакуумного насоса, является перевод его на 3 - 4 часа работы в режиме газового балласта. Режим газового балласта дает возможность избавиться от пузырьков газа, скопившихся в слое масла.

Рукоятка клапана для перевода
форвакуумного насоса в режим
газового балласта



Рисунок 119 – Внешний вид рукоятки клапана для перевода форвакуумного насоса в режим газового балласта



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Форвакуумный насос во время работы разогревается до опасно высокой температуры. Переключение в режим газового балласта и обратно производится без остановки (и охлаждения) насоса. Поэтому, во избежание получения ожогов, приходится надеть на руку теплозащитную перчатку.

Для переключения насоса в режим газового балласта, поверните рукоятку по часовой стрелке (из положения С [клапан закрыт] в положение О [клапан открыт]). Возврат насоса в обычный рабочий режим обеспечивается поворотом клапана в противоположном направлении.

ПРИМЕЧАНИЕ – На рисунке 119 отсоединенный форвакуумный насос показан только в иллюстративных целях. Никакой разборки соединений для перевода в режим газового балласта и для возврата в обычный режим работы не требуется.

Следует учитывать и срок службы форвакуумного насоса. Как правило, через каждые 3 года этот насос приходится заменять новым.

Пополнение пробирки калибровочным раствором перфтортрибутиламина

Если объем имеющегося в этой пробирке раствора оказался малым, необходимо пробирку пополнить. Сделать это можно, не выключая масс-селективный детектор, но только при закрытом тестовом клапане. Нужно учитывать, что заливка настроечного раствора приводит к попаданию в пробирку и воздуха. Поэтому, заливать калибровочный раствор следует до края, после чего пробирку следует герметизировать (вернув на место ту крышку, которой пробирка оснащена). После этого придется выполнить несколько автоматических настроек (повторять их до тех пор, пока перестанет обнаруживаться завышенное количество воздуха).

Чистка источника ионов

Поскольку масс-селективный детектор оснащен источником ионов, собранным из керамических деталей, чистки источника может не потребоваться и вовсе. На необходимость выполнения такой чистки указывает необычно высокое напряжение на электронном умножителе в результатах автоматической настройки.

Извлечение узла с источником ионов

Необходимый инструмент (не поставляется в составе с хроматографом):

- Торцевой шестигранный ключ на 3,0 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 2,5 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 2,0 мм
- Отвертка с плоским лезвием
- Пинцет (ЕСМ7.005.001)
- Химические чистые (не оставляющие волокон и не содержащие талька) печати



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! До извлечения узла с источником ионов, наденьте на запястье заземляющий ремешок. Провод ведущий от этого ремешка, подсоедините к металлическому корпусу масс-селективного детектора.

- 1) Выключите масс-селективный детектор. Дождитесь полного охлаждения его узлов.
- 2) Отключите кабель питания от масс-селективного детектора.
- 3) Откройте верхнюю крышку масс-селективного детектора (отклонив левую часть панели в сторону). Сделать это нужно для получения доступа к клапану, дающему возможность запустить воздух в вакуумную камеру.
- 4) Откройте клапан, запускающий воздух (для чего нужно повернуть его рукоятку по часовой стрелке на 1/4 - 1/2 оборота). О запуске воздуха свидетельствует характерное шипение.

Клапан, используемый для запуска воздуха в систему



Рисунок 120 – Внешний вид клапана для запуска воздуха

- 5) Отсоедините кабели питания источника ионов и кабель тестового клапана, вводящего перфтортрибутиламин.
- 6) Торцевым шестигранным ключом на 3,0 мм ослабьте 4 винта, фиксирующие узел источника ионов на передней части масс-селективного детектора. Эти винты обозначены позициями 1 - 4.

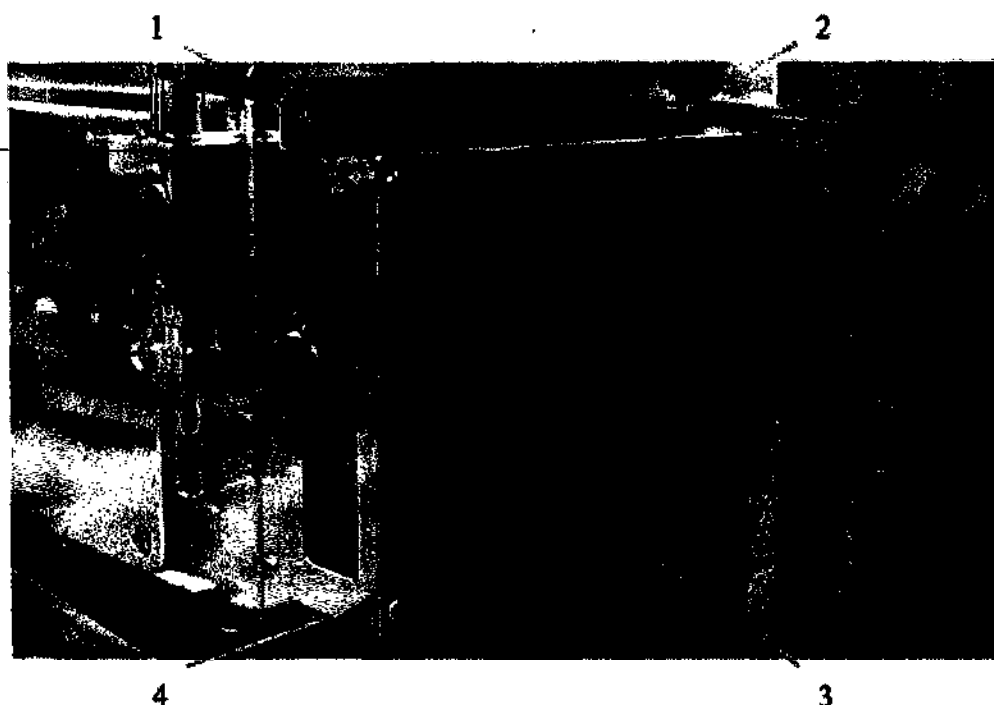


Рисунок 121 – Изображение с расположением винтов, фиксирующих узел с источником ионов

⚠ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Если при попытке извлечения узла с источником ионов Вы почувствовали сопротивление, не пытайтесь его преодолеть. Убедитесь, что в вакуумную камеру был запущен воздух.

- 7) Аккуратно извлеките узел с источником ионов (потянув его на себя, как показано на приведенном ниже рисунке).



Рисунок 122 – Указание по правильному извлечению узла с источником ионов

- 8) Положите узел с источником ионов на чистую поверхность рабочего стола.



Рисунок 123 – Внешний вид извлеченного узла с источником ионов



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Источник ионов и детали интерфейса (устройства сопряжения масс-селективного детектора с основным блоком хроматографа) при эксплуатации нагреваются до очень высоких температур. Дождитесь их охлаждения.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! До проведения работ с обслуживанием источника ионов, может потребоваться заменить загрязненные перчатки чистыми. Необходимо предотвратить возможность внесения любых загрязнений!

Удаление источника ионов

- 1) Пинцетом аккуратно отсоедините провода от источника ионов. Старайтесь не изгибать эти провода чрезмерно (это может привести к их повреждению).

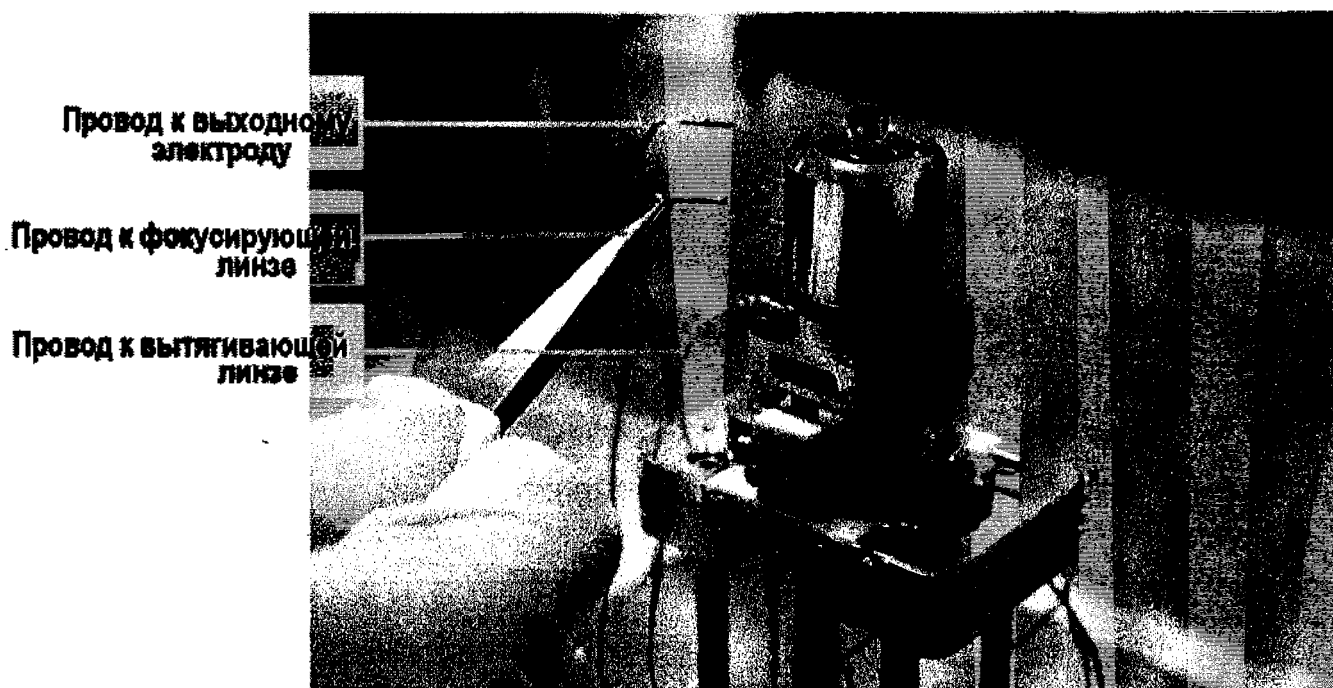


Рисунок 124 – Расположение проводов источника ионов

Кодирование цветом и схема распылки проводов на разъеме, соединяющем с источником ионов

Таблица 15 – Кодирование цветом и схема распылки разъема, соединяющего с источником ионов

№ контакта разъема	Назначение провода	Цвет провода	Вид разъема со стороны вакуумной камеры
1	Нагреватель	Белый	
2	Нагреватель	Белый	
3	Датчик температуры (+)	Желтый	
4	Первая нить накала	Черный	
5	Вторая нить накала	Фиолетовый	
6	Вторая нить накала	Фиолетовый	
7	Первая нить накала	Черный	
8	Выходной электрод	Оранжевый	
9	Фокусирующая линза	Синий	
10	Вытягивающая линза	Зеленый	
11	Отражатель	Желтый	
12	Датчик температуры (-)		

- 2) Торцевым шестигранным ключом на 2,5 мм удалите винты крепления источника ионов на подставке под него.

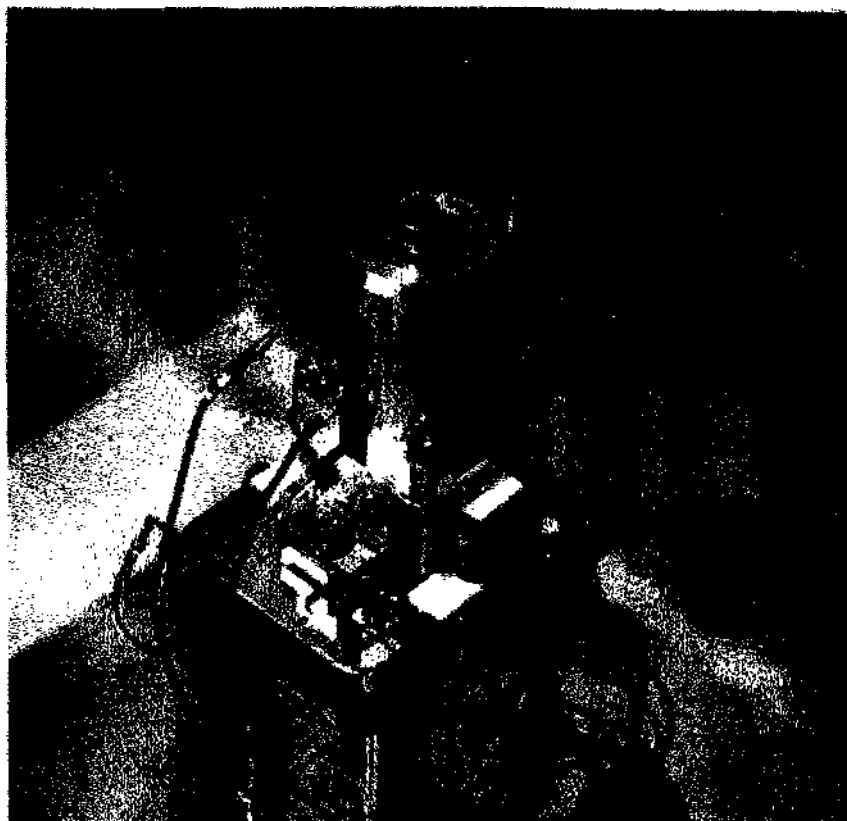


Рисунок 125 – Удаление винтов крепления источника ионов

- 3) Снимите весь источник ионов.



Рисунок 126 – Снятие источника ионов

Подставка, с которой удалили источник ионов, будет иметь следующий вид:

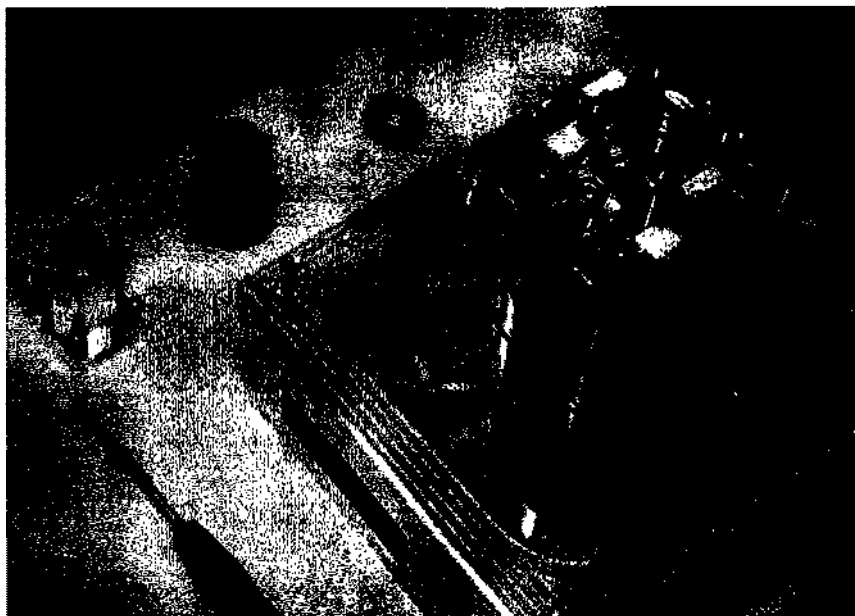


Рисунок 127 – Внешний вид подставки под источник ионов

- 4) Положите источник ионов на мягкую чистую салфетку, не оставляющую волокон.
- 5) Пинцетом удалите диафрагму.

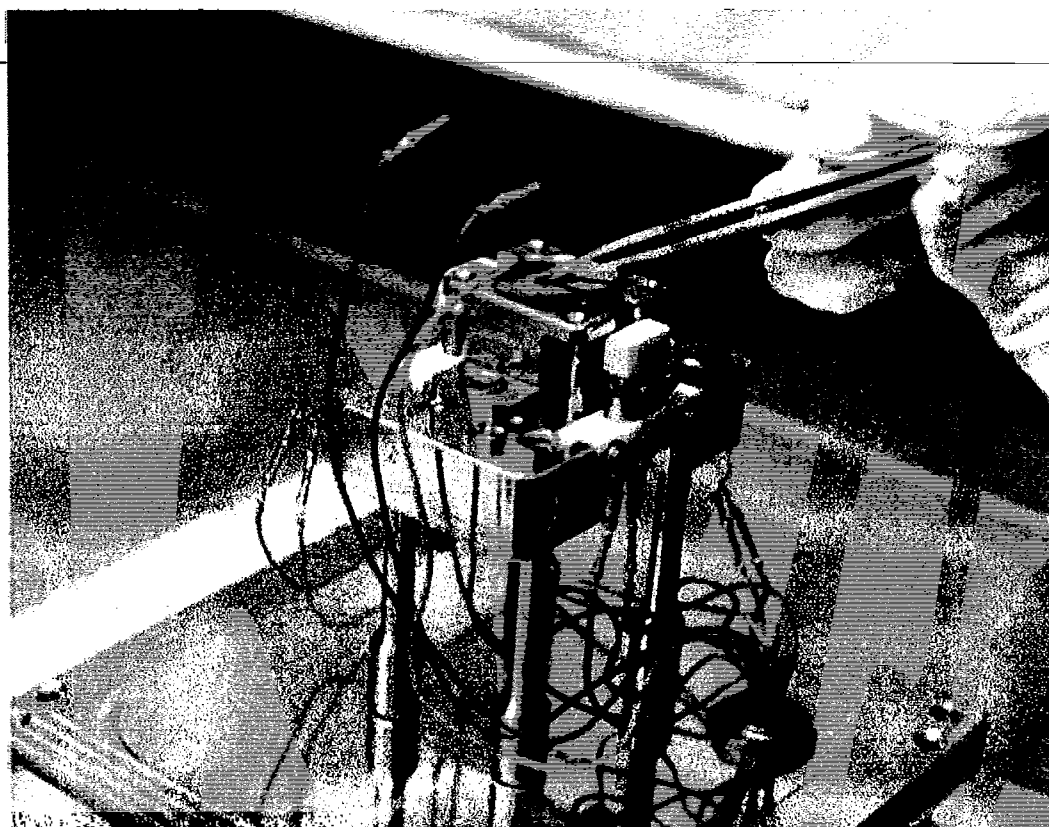


Рисунок 128 – Удаление диафрагмы с источника ионов

- 6) Торцевым шестигранным ключом на 2,5 мм удалите винты, фиксирующие ионизационную камеру.



Рисунок 129 – Удаление винтов крепления ионизационной камеры на узле источника ионов

- 7) Аккуратно снимите ионизационную камеру.



Рисунок 130 – Удаление ионизационной камеры с узла источника ионов

- 8) После удаления ионизационной камеры, пальцами вывинтите отражатель. Никакими дополнительными инструментами не пользуйтесь.

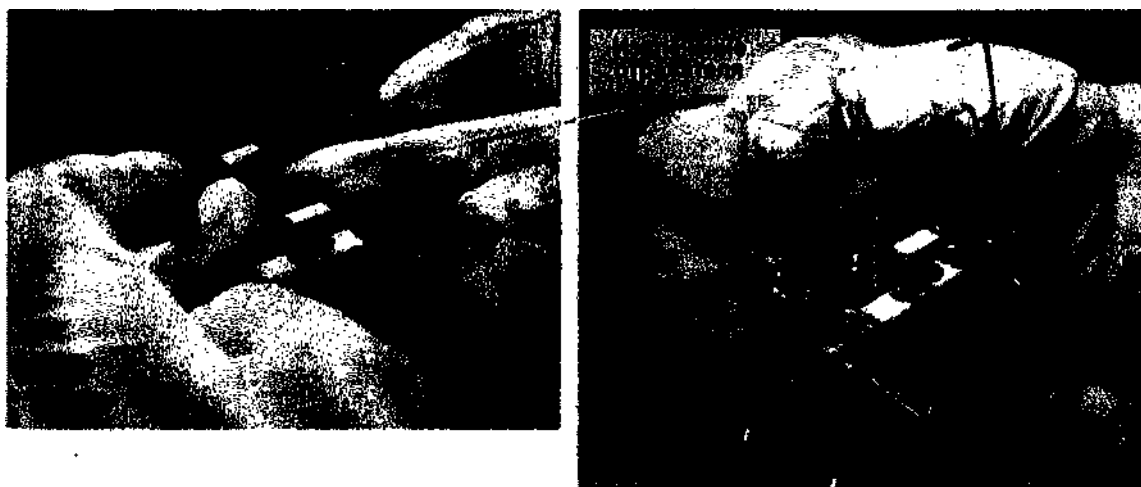


Рисунок 131 – Извлечение отражателя с узла источника ионов

- 9) На приведенном ниже рисунке показаны детали разобранного источника ионов.



Рисунок 132 – Источник ионов в разобранном виде

10) Схема сборки источника ионов, ионизационной камеры и всего узла с источником ионов показана ниже.

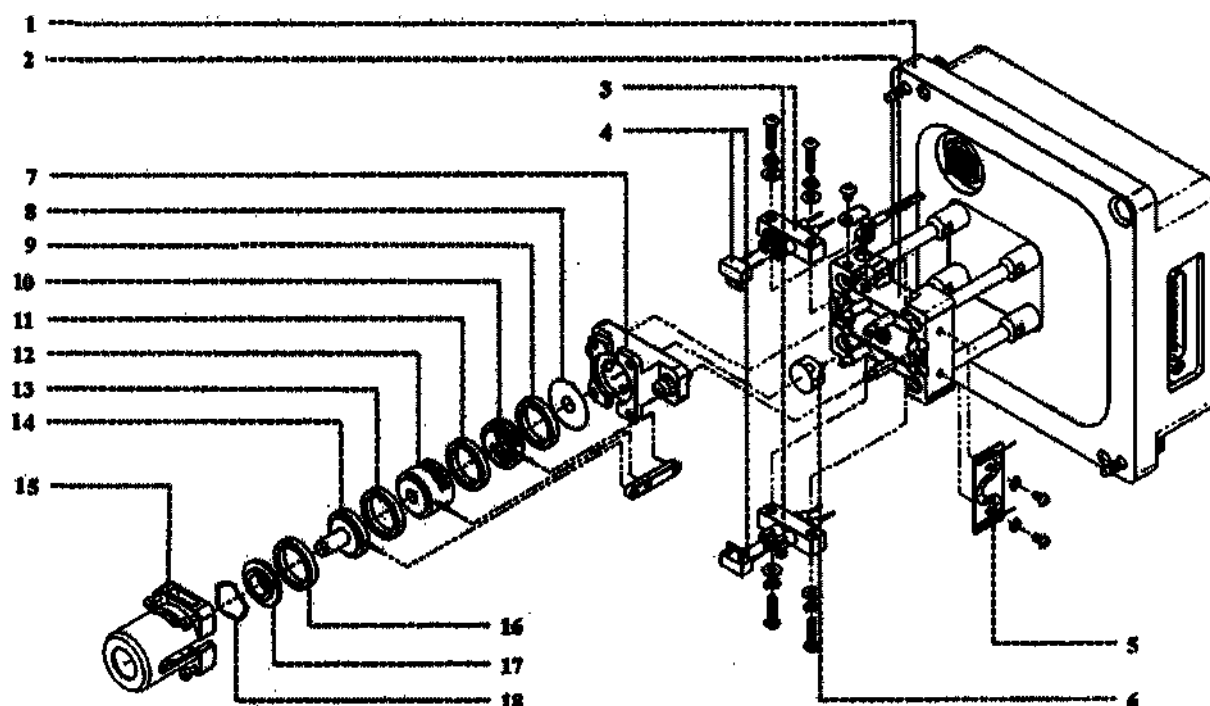


Рисунок 133 – Схема сборки источника ионов и узла источника ионов: 1 - фланец узла; 2 - подставка под источник ионов; 3 - крепежные детали для нитей накала; 4 - нити накала; 5 - нагреватель источника ионов; 6 - отражатель; 7 - ионизационная камера; 8 - диафрагма; 9 – изолирующее кольцо; 10 - вытягивающая линза; 11 - изолирующее кольцо; 12 - фокусирующая линза; 13 - изолирующее кольцо; 14 - выходной электрод; 15 - корпус источника ионов; 16 - изолирующее кольцо; 17 - шайба; 18 - пружинящая шайба

Чистка деталей источника ионов

Требуемые материалы и инструмент:

- Пинцет (ЕСМ7.005.001)
- Химически чистые (не оставляющие волокон и не содержащие талька) перчатки
- Порошок из окиси алюминия
- Не оставляющие волокон ватные тампоны
- Стекланный химический стакан на 500 мл
- Ацетон (ЧДА)
- Метанол (ЧДА)
- Вода (дважды перегнанная)
- Ультразвуковая баня

1) Источник ионов должен быть разобран на части



Рисунок 134 – Источник ионов в разобранном виде и требуемые инструменты для чистки

2) Выберите только те детали источника ионов, которые подлежат чистке. К этим деталям относятся (в основном) те, которые вступают в контакт с образцом или с ионным лучом. Прочие детали в очистке не нуждаются.



Рисунок 135 – Детали источника ионов, подлежащие чистке

⚠ ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Если обнаруживается, что загрязнены изоляторы, попробуйте очистить их мягкой не оставляющей волокон салфеткой, смоченной в метаноле. Если это не помогает, изоляторы нужно заменить. Ультразвуковой баней для чистки изоляторов нельзя пользоваться.

3) *Операции, описанные в этом пункте, следует выполнять только при очень сильном загрязнении.* Воспользуйтесь суспензией порошка окиси алюминия в метаноле. Эту суспензию наносят на поверхность деталей с помощью ватного тампона. Удаление загрязнений и полировка деталей такой суспензией представляет собой весьма трудоемкий процесс. Но требования к степени полировки не так строги (небольшие царапины не приводят к ухудшению эксплуатационных характеристик). После выполнения подобной очистки (полировки), смойте остаток суспензии метанолом.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Нити накала, узел нагревателя и изоляторы не подлежат очистке в ультразвуковой бане. Если эти детали оказываются сильно загрязненными, их требуется заменить.

- 4) Положите подлежащие чистке детали в чистый химический стакан и выполните три последовательных чистки с использованием разных жидкостей (сперва, с использованием дважды перегнанной воды; затем - с использованием ацетона и, наконец, с использованием метанола).



Рисунок 136 – Чистка деталей источника ионов

После погружения в каждый из указанных растворителей, чистка с помощью ультразвуковой бани производится в течение 15 минут. Работы эти следует производить под тягой. Допустимая степень чистоты жидкостей:

- вода: дважды перегнанная;
- ацетон: ЧДА;
- метанол: ЧДА.

- 5) После завершения фазы прочистки метанолом, снова промойте эти детали водой и просушите их чистой сухой салфеткой.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Поскольку ацетон и метанол опасны для здоровья человека, все работы с этими растворителями выполняйте только под тягой. Соблюдайте все меры предосторожности, предусмотренные принятыми в Вашей организации правилами техники безопасности.

Затем, поместите очищенные детали в чистый сухой химический стакан. Плотнo закройте этот стакан алюминиевой фольгой и поместите в термостат хроматографа. Разогрейте термостат до 100 °С и выдержите стакан в термостате хроматографа в течение 10 - 15 минут.

Замена испорченной нити накала

Необходимый инструмент:

- Торцевой шестигранный ключ на 3,0 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 2,5 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 2,0 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 1,5 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 1,0 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 0,5 мм
- Отвертка с плоским лезвием
- Пинцет (ЕСМ7.005.001)
- Химические чистые (не оставляющие волокон и не содержащие талька) перчатки



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! До извлечения узла с источником ионов, наденьте на запястье заземляющий ремешок. Провод ведущий от этого ремешка, подсоедините к металлическому корпусу масс-селективного детектора.

- 1) Выньте узел с источником ионов из вакуумной камеры так, как описано на стр. 161 - 163 (пункты 1 - 7).
- 2) Пинцетом аккуратно отсоедините провода от источника ионов и удалите сам источник ионов так, как описано на стр. 164 - 166 (пункты 1 - 4). Диафрагму снимать не нужно.
- 3) Торцевым шестигранным ключом на 1,0 мм удалите винты, фиксирующие держатель нити накала.

Нить накала
Держатель нити накала



Рисунок 137 – Удаление винтов, фиксирующих держатель нити накала на узле источника ионов

- 4) Пинцетом выньте из ионизационной камеры нить накала вместе с держателем.



Рисунок 138 – Удаление нити накала и ее держателя из ионизационной камеры на узле источника ионов

- 5) Торцевым шестигранным ключом на 0,5 мм ослабьте винты крепления нити накала.



Рисунок 139 – Указание по ослаблению винтов крепления нити накала на узле источника ионов

- 6) Снимите нить накала, подлежащую замене. Установите новую. Обратите внимание на правильное относительное расположение нити накала. Она должна быть обращена внутрь ионизационной камеры.



Рисунок 140 – Указания по правильному расположению нити накала внутри держателя

- 7) Торцевым шестигранным ключом на 0,5 мм затяните винты крепления новой нити накала.

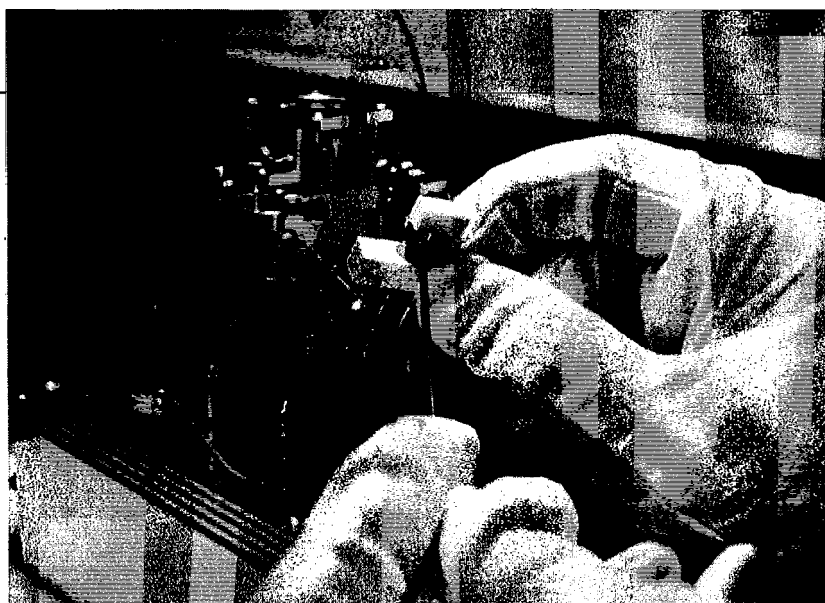


Рисунок 141 – Фиксация нити накала в держателе

8) Установите держатель нити накала на место.



Рисунок 142 – Установка держателя нити накала на узел источника ионов

9) Торцевым шестигранным ключом на 1,0 мм завинтите винты, фиксирующие держатель нити накала.

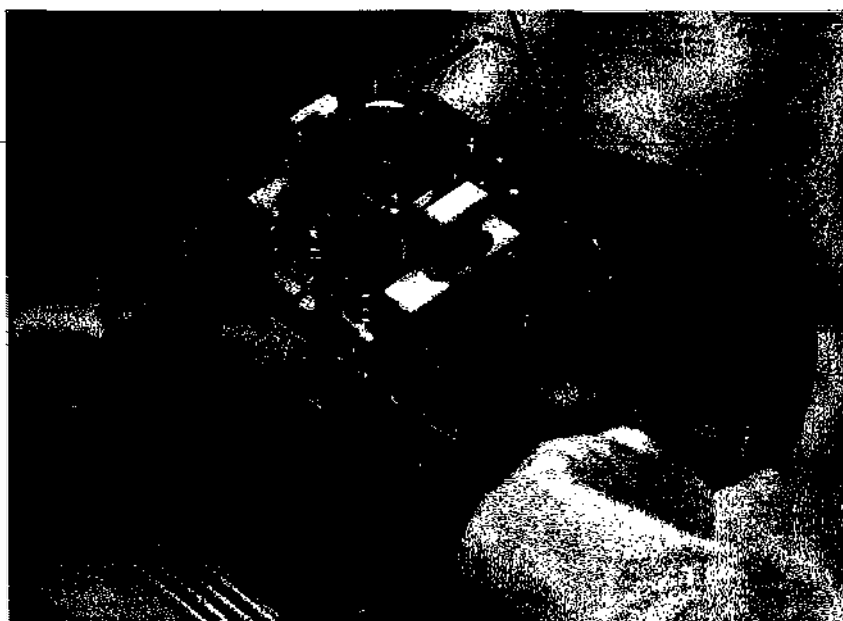


Рисунок 143 – Фиксация держателя нити накала на узел источника ионов

- 10) Установите источник ионов на предназначенную под него площадку. Подсоедините отсоединявшиеся провода, после чего установите узел с источником ионов в вакуумную камеру.

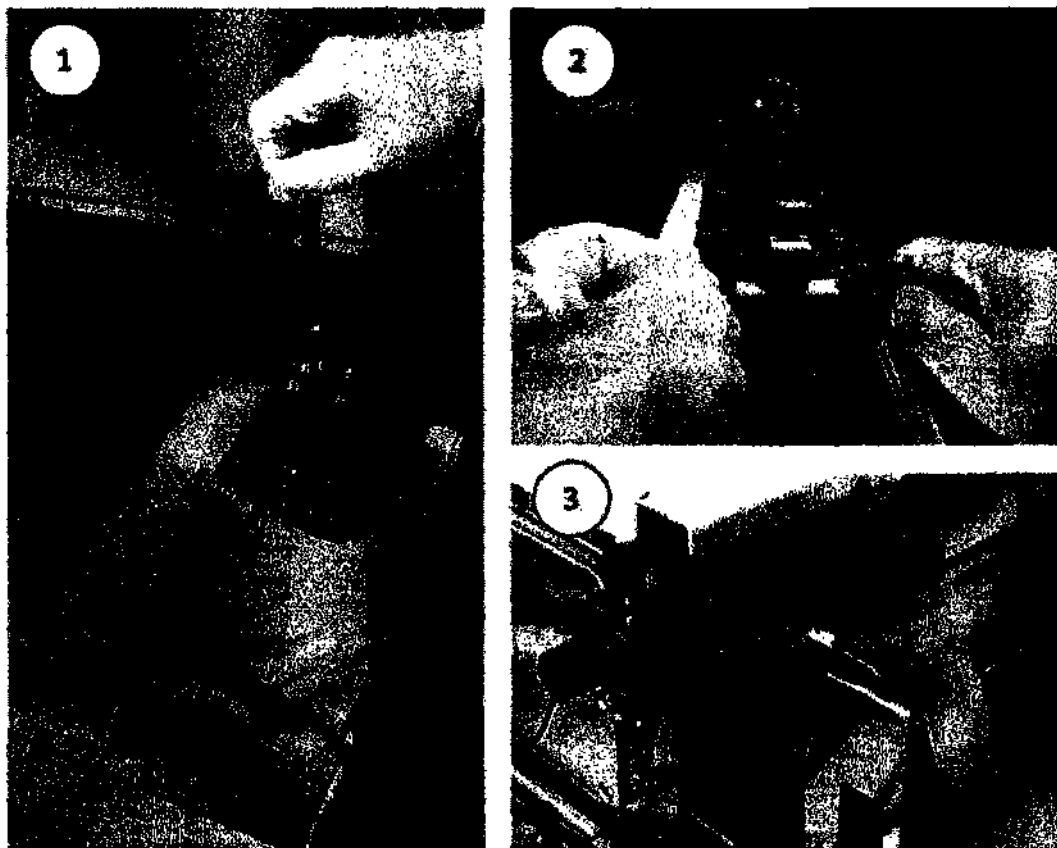


Рисунок 144 – Сборка узла источника ионов и установка его в вакуумную камеру:

- 1 - установка источника ионов на предназначенную под него площадку;
2 - подключение проводов; 3 - возврат узла с источником ионов в вакуумную камеру

- 11) Торцевым шестигранным ключом на 3,0 мм закрутите винты, фиксирующие узел с источником ионов.



Рисунок 145 – Фиксация узла источника ионов

Сборка источника ионов и установка его на место

После завершения чистки деталей источника ионов, выполните следующее:

- 1) Установите (завинтите) на место отражатель. Завинчивайте пальцами. Запрещается пользоваться каким-либо инструментом.



Рисунок 146 – Установка отражателя на источник ионов

- 2) Установите на место ионизационную камеру. Завинтите фиксирующие ее винты торцевым шестигранным ключом на 2,5 мм.

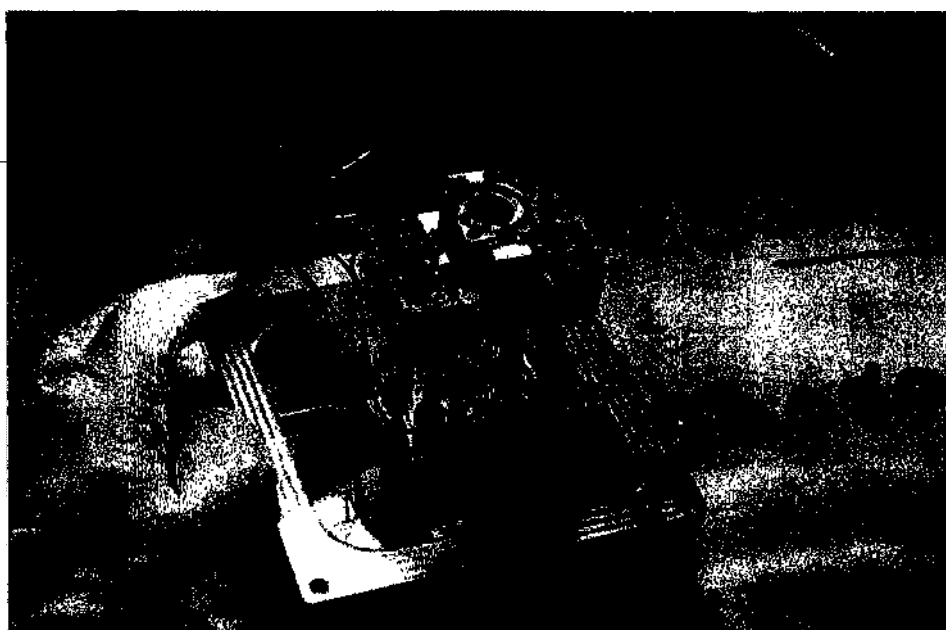


Рисунок 147 – Установка ионизационной камеры на узел источника ионов

3) Пинцетом установите на место диафрагму.



Рисунок 148 – Установка диафрагмы на источник ионов

4) Соберите источник ионов так, как показано на рисунке ниже.

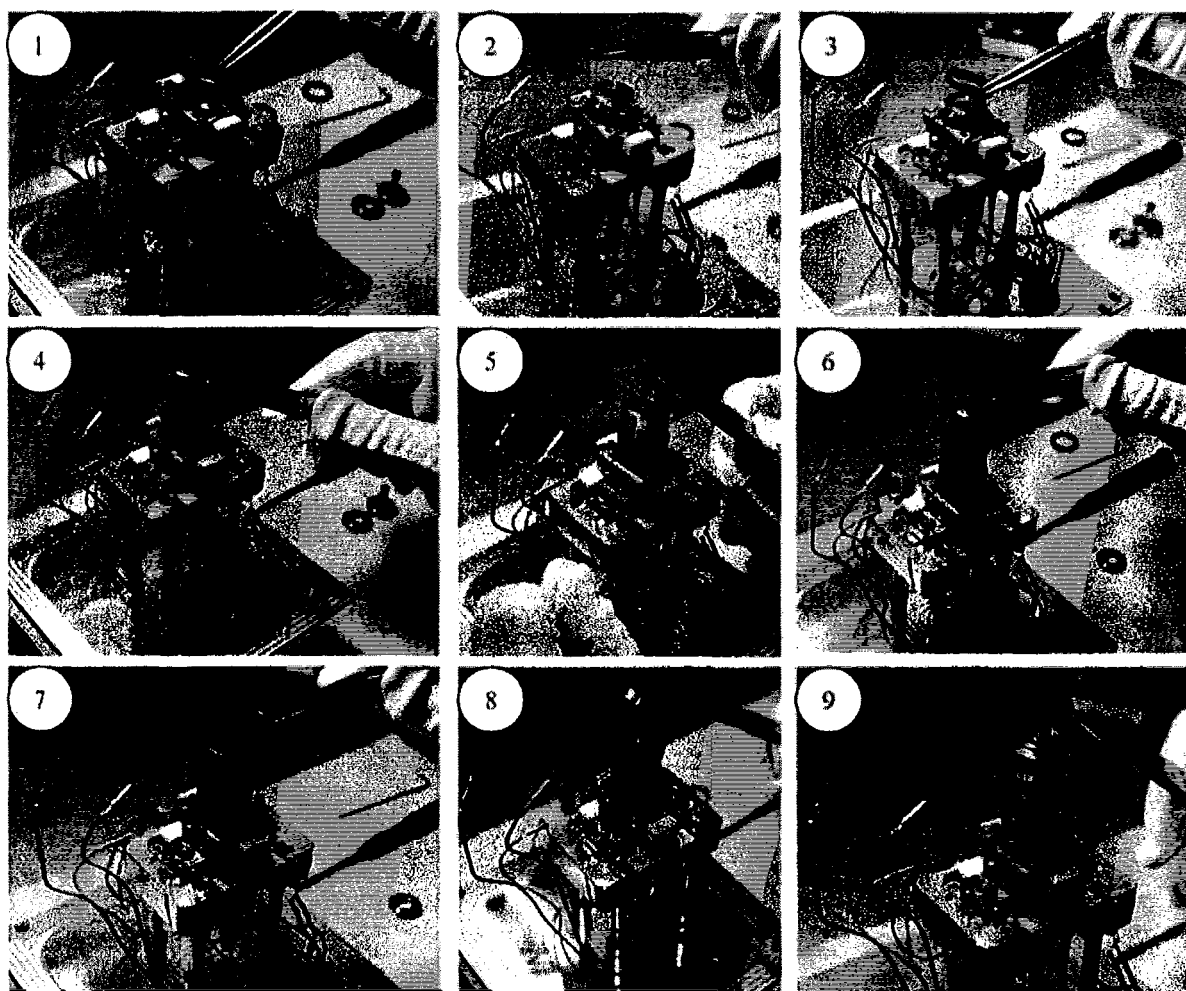


Рисунок 149 – Схема сборки источника ионов: 1 - установка первого изолирующего кольца; 2 - установка вытягивающей линзы; 3 - установка второго изолирующего кольца; 4 - установка фокусирующей линзы; 5 - установка 3-го изолирующего кольца; 6 - установка выходного электрода; 7 - установка 4-го изолирующего кольца; 8 - установка шайбы; 9 - установка пружинящей шайбы

5) Установите корпус источника ионов.



Рисунок 150 – Установка корпуса источника ионов

б) Зафиксируйте корпус источника ионов торцевым шестигранным ключом на 2,5 мм. Подключите отсоединявшиеся провода, после чего установите узел с источником ионов в вакуумную камеру.

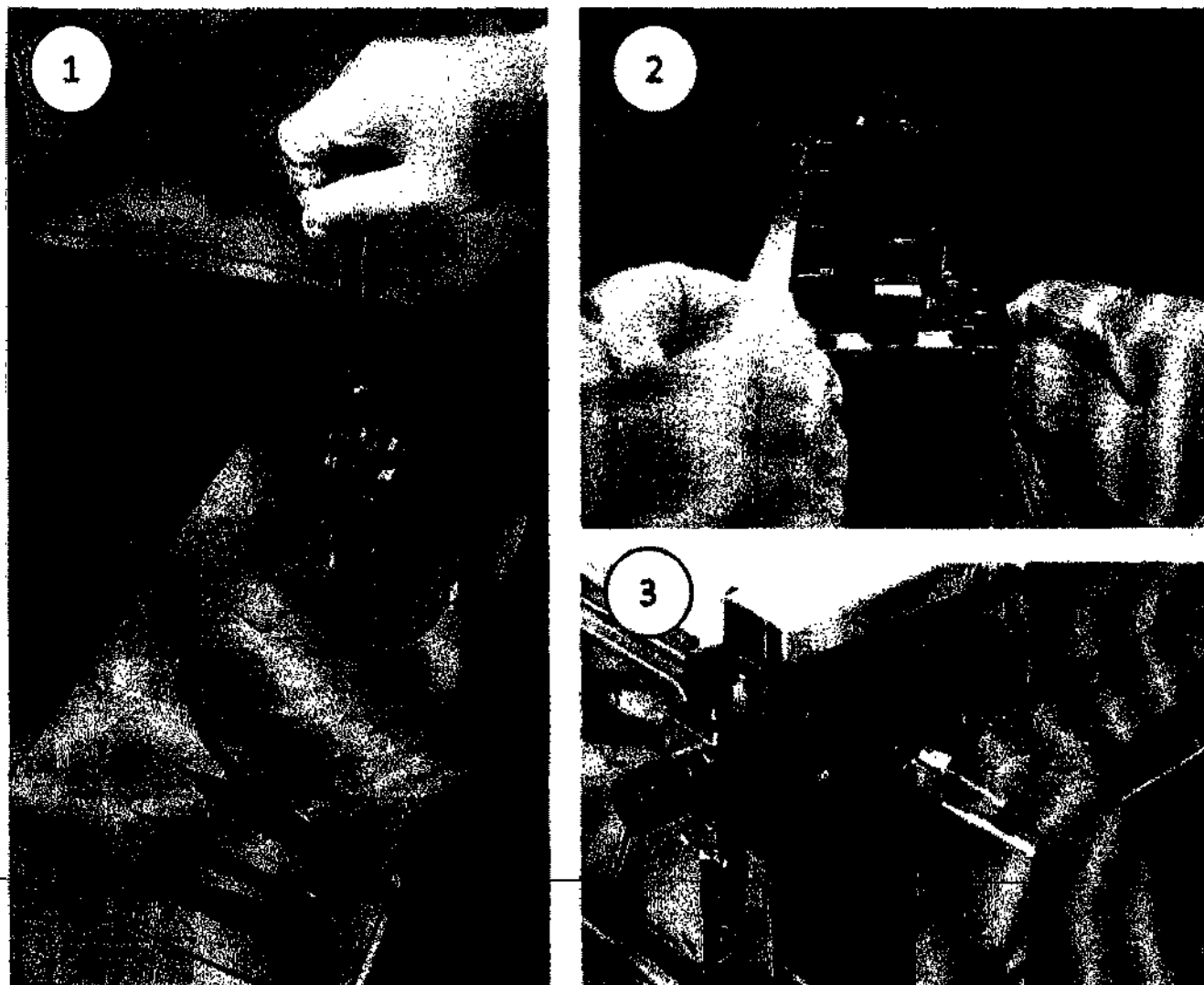


Рисунок 151 – Сборка узла источника ионов и установка его в вакуумную камеру:
1 - закрепление корпуса источника ионов; 2 – подключение отсоединявшихся проводов; 3 - установка узла с источником ионов в вакуумную камеру

- 7) Торцевым шестигранным ключом на 3,0 мм затяните винты, фиксирующие узел с источником ионов на передней стенке вакуумной камеры.

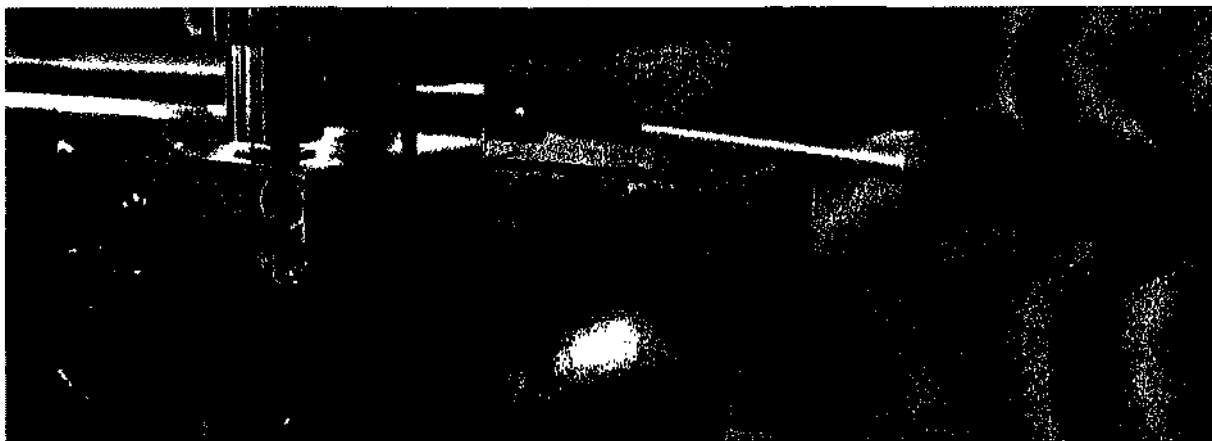


Рисунок 152 – Фиксация узла источника ионов на передней стенке вакуумной камеры

ПРИМЕЧАНИЕ – Перед включением масс-селективного детектора, убедитесь, что рукоятка клапана, используемого для запуска воздуха в систему, затянута до упора против часовой стрелки.

- 8) Подсоедините кабель питания к масс-селективному детектору. Включите этот детектор (с помощью выключателя питания, расположенного на задней стенке).
- 9) Подайте команду приступить к созданию разрежения (или с помощью сенсорной клавиши на экране блока масс-селективного детектора, или с помощью программного обеспечения Маэстро).

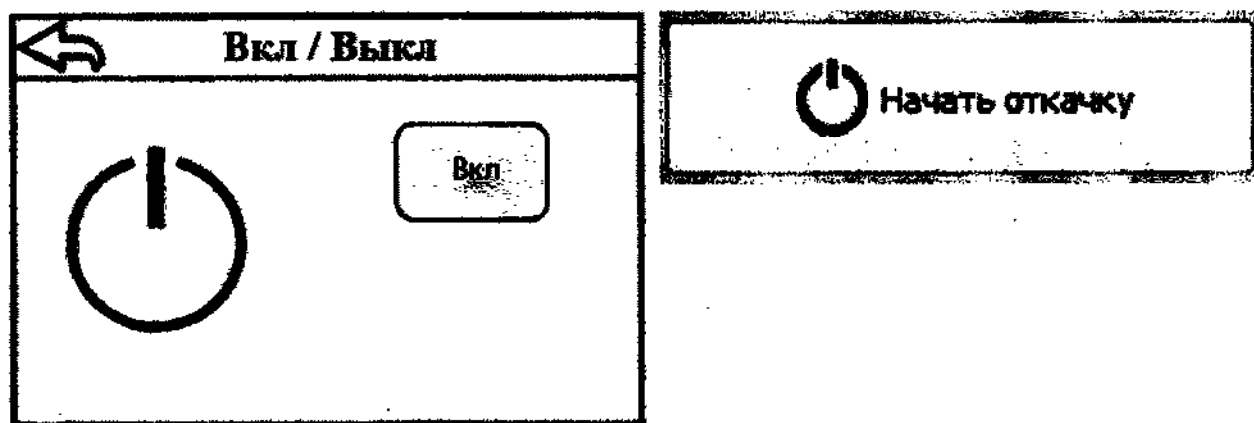


Рисунок 153 – Скриншны диалогового окна ПО МСД, вызываемого для откачки воздуха (слева) и соответствующей кнопки в диалоговом окне программного обеспечения «Маэстро» (справа)

10) Масс-селективный детектор начнет создавать нужное разрежение.

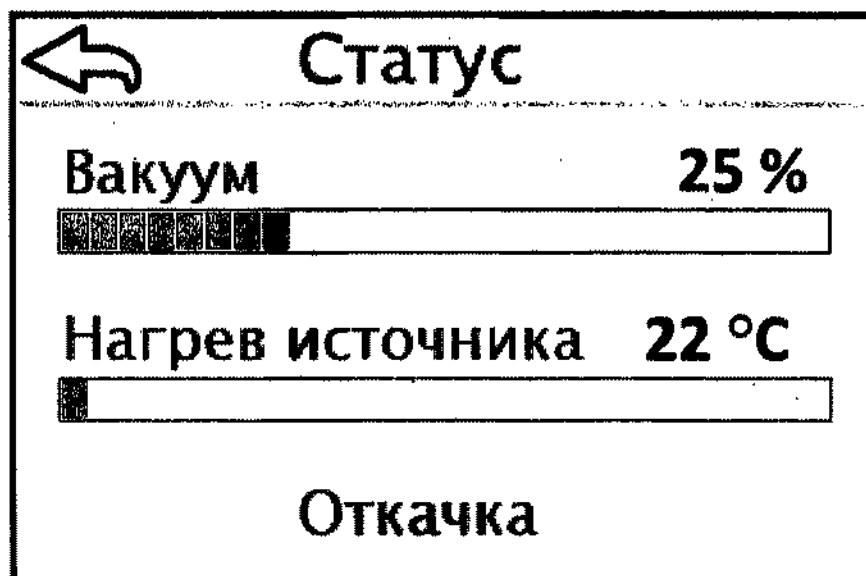


Рисунок 154 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего при включении масс-селективного детектора

11) После достижения нужной степени разрежения, начнется разогрев источника ионов.



Рисунок 155 – Скрин диалогового окна ПО МСД, возникающего по окончании создания разрежения и в процессе нагрева источника ионов

Замена электронного умножителя

Извлечение узла с электронным умножителем из задней части масс-селективного детектора разрешено только в случае необходимости замены электронного умножителя:

Извлечение и замена электронного умножителя производится в следующих случаях:

- При подтвержденной неисправности электронного умножителя
- При завершении срока службы электронного умножителя
- При получении низкой амплитуды сигнала в процесс выполнения автоматической настройки
- Если процесс автоматической настройки завершается показанием напряжения (на электронном умножителе) свыше 2 500 В

Необходимый инструмент:

- Торцевой шестигранный ключ на 3,0 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 2,5 мм
- Торцевой шестигранный ключ на 2,0 мм
- Пинцет
- Химические чистые (не оставляющие волокон и не содержащие талька) печати



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! До извлечения узла с источником ионов, наденьте на запястье заземляющий ремешок. Провод ведущий от этого ремешка, подсоедините к металлическому корпусу масс-селективного детектора.

- 1) Выключите масс-селективный детектор. Дождитесь полного охлаждения его узлов.
- 2) Отключите кабель питания от масс-селективного детектора.
- 3) Откройте верхнюю крышку масс-селективного детектора (отклонив левую часть панели в сторону; см. рисунок, приведенный на стр. 98). Сделать это нужно для получения доступа к клапану, дающему возможность запустить воздух в вакуумную камеру.
- 4) Откройте клапан, запускающий воздух (для чего нужно повернуть его рукоятку по часовой стрелке на 1/4 - 1/2 оборота). О запуске воздуха свидетельствует характерное шипение. См. рисунок, приведенный на следующей странице.

Клапан, используемый для
запуска воздуха в систему



Рисунок 156 – Открытие клапана для запуска воздуха

5) Отсоедините кабель питания предварительного усилителя.



Отсоедините кабель питания предварительного
усилителя

Рисунок 157 – Расположение кабеля питания предварительного усилителя

6) Аккуратно удалите предварительный усилитель.



Для получения возможности удаления предварительного усилителя, отвинтите эти винты

Аккуратно удалите предварительный усилитель

Рисунок 158 – Указания по извлечению предварительного усилителя

7) Отключите кабели высоковольтного питания.



ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ: Перед таким отключением, убедитесь, что сам масс-селективный детектор выключен и что от масс-селективного детектора отсоединен кабель его питания.



Кабель высоковольтного питания 10 кВ

Кабель высоковольтного питания 3 кВ

Рисунок 159 – Расположение разъемов высоковольтного питания масс-селективного детектора

ПРИМЕЧАНИЕ - Пожалуйста, обратите внимание на наличие зеркального отображения, осложняющего приведенную выше фотографию.

- 8) Торцевым гаечным ключом на 3,0 мм удалите 2 винта, фиксирующие фланец детектора.



Рисунок 160 – Удаление фиксирующих фланец детектора винтов

ПРИМЕЧАНИЕ - Пожалуйста, обратите внимание на наличие зеркального отображения, осложняющего приведенную выше фотографию.

- 9) Аккуратно извлеките фланец с детектором.

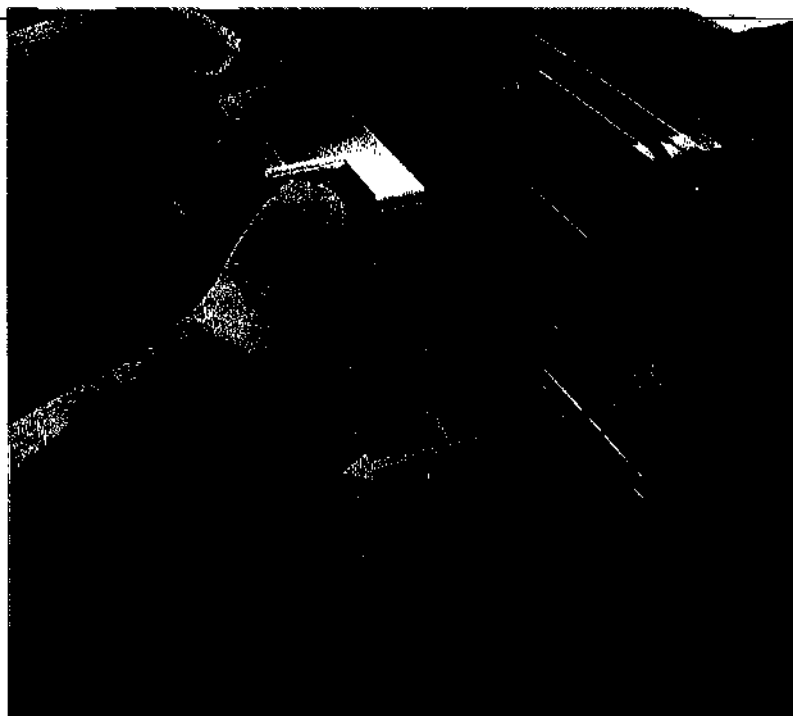


Рисунок 161 – Извлечение фланца детектора

10) Положите фланец с детектором (с электронным умножителем) на стол так, как показано на приведенном ниже рисунке.

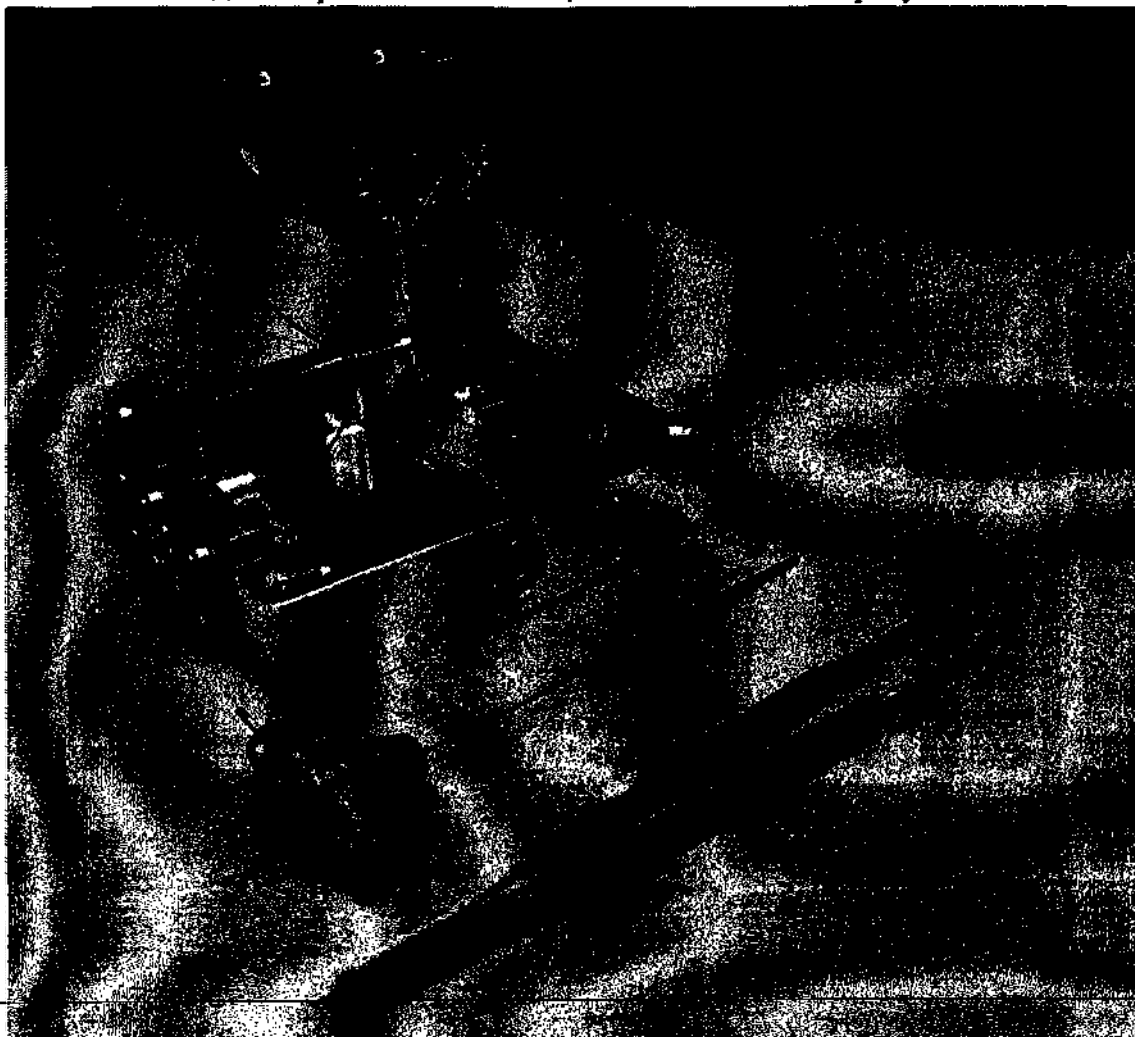


Рисунок 162 – Фланец с детектором в снятом состоянии с инструментами для замены электронного умножителя

Процедура замены электронного умножителя

ПРИМЕЧАНИЕ - Не подвергайте электронный умножитель длительному воздействию атмосферного воздуха (т.е. храните в нераспечатанной упаковке) и попаданию солнечных лучей.

ПРИМЕЧАНИЕ - Все описанные далее работы выполняйте, пользуясь химически стойкими, не оставляющими волокон (и не содержащими талька) перчатками.

ПРИМЕЧАНИЕ - Если на электронном умножителе обнаружены капельки масла или если вся система была загрязнена попаданием масла, прочистите электронный умножитель изопропиловым спиртом (не пользуясь ультразвуковой баней). Можно погрузить электронный умножитель в изопропиловый спирт на 10 минут. После этого, просушите на воздухе; затем, поместите в термостат газового хроматографа и выдержите при температуре 150 °C в течение 30 минут.

1. Отсоедините кабель, по которому передается сигнал.

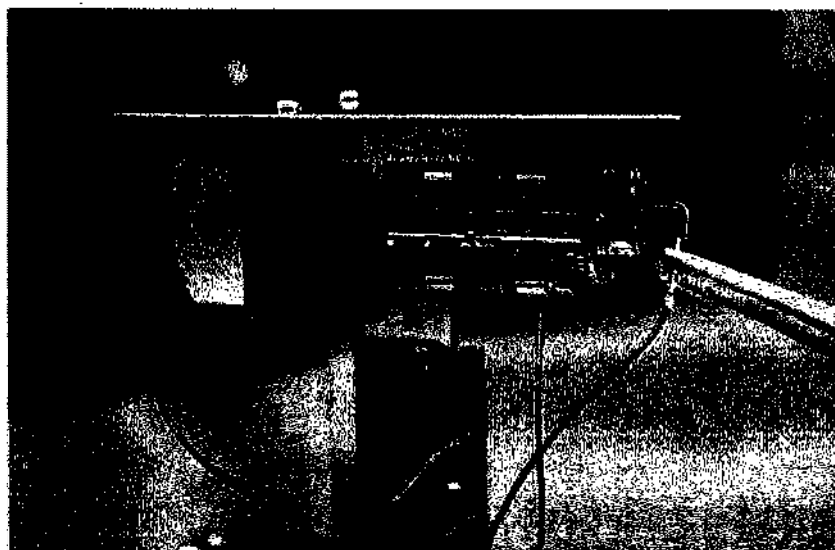


Рисунок 163 – Отсоединение кабеля для передачи сигнала детектора

2. Торцевым шестигранным ключом на 2 мм удалите 2 винта, фиксирующие прижимную пластину. При этом рекомендуется удерживать винты пинцетом.



Удалите 2 винта, фиксирующие
прижимную пластину



Рисунок 164 – Удаление винтов, фиксирующих прижимную пластину на детекторе

3. С помощью пинцета аккуратно удалите прижимную пластину.



Рисунок 165 – Удаление прижимной пластины с детектора

4. Извлеките электронный умножитель (для чего нужно потянуть его на себя).



Рисунок 166 – Извлечение электронного умножителя из детектора

5. Установите новый электронный умножитель. Убедитесь в правильности выбора его относительного положения.



Контакт питания электронного
умножителя ориентирован на 7-ку
циферблата часов

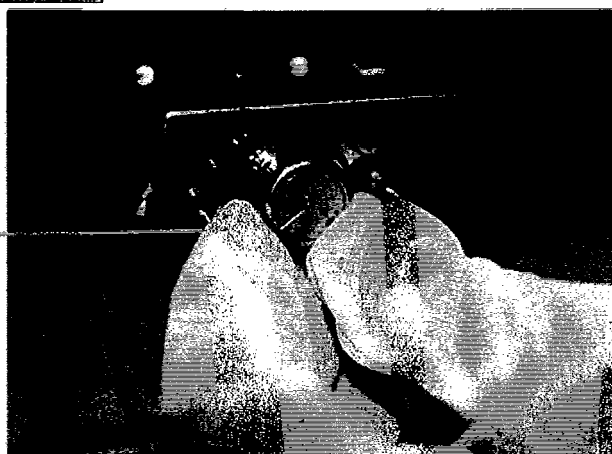


Рисунок 167 – Указания по правильному расположению электронного умножителя в детекторе

6. Установите на место прижимную пластину.



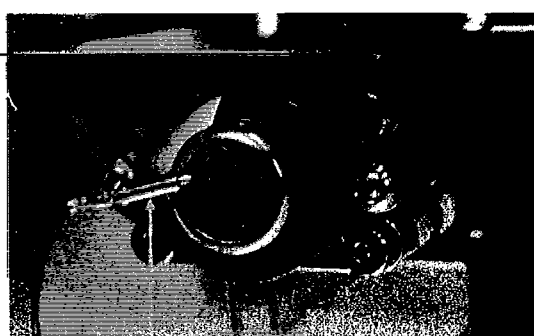
Рисунок 168 – Установление прижимной пластины на детектор

7. Придерживая прижимную пластину пинцетом, зафиксируйте ее двумя винтами.



Рисунок 169 – Установка винтов, фиксирующих прижимную пластину на детекторе

8. Аккуратно подсоедините контакт кабеля, используемого для передачи сигнала. Проверьте правильность подключения проводов.



Контакт кабеля, используемого для передачи сигнала

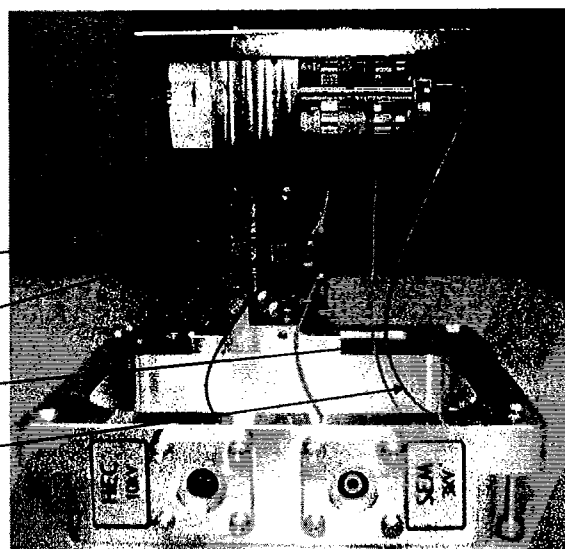
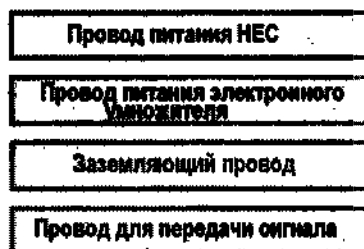


Рисунок 170 – Обозначение проводов, подключаемых к детектору, включая контакт для передачи сигнала

9. Аккуратно установите фланец детектора на вакуумную камеру (правильной установке способствуют направляющие штифты).



Рисунок 171 – Установка фланца детектора на вакуумной камере

10. Шестигранным торцевым ключом на 3,0 мм затяните 2 винта, фиксирующие фланец детектора на вакуумной камере.

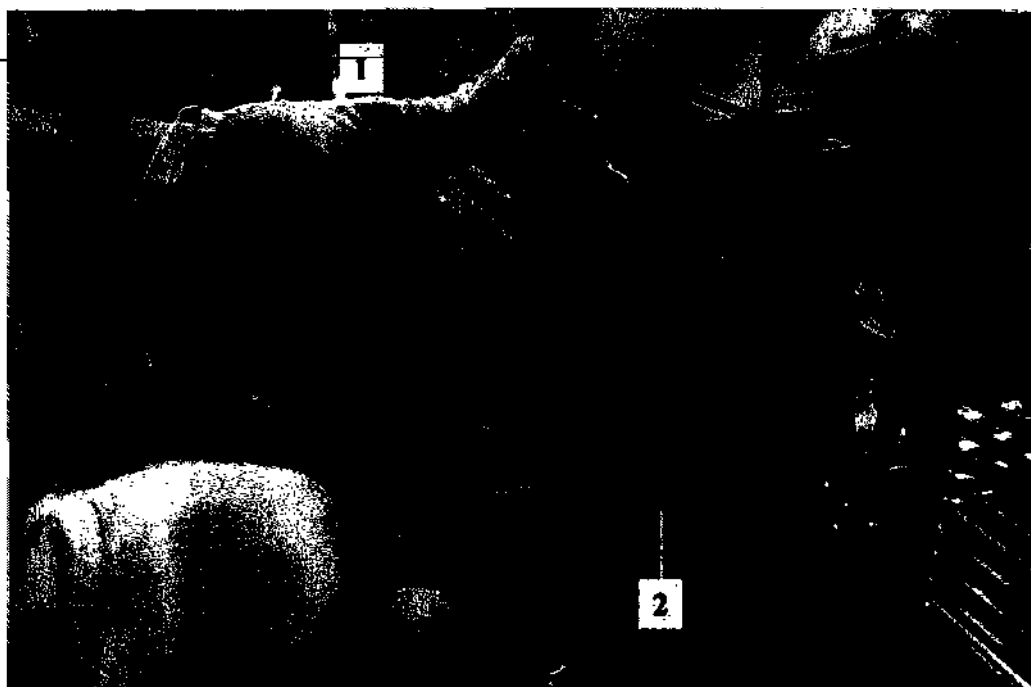


Рисунок 172 – Фиксация фланца детектора на вакуумной камере

11. Подключите кабели высоковольтного питания.

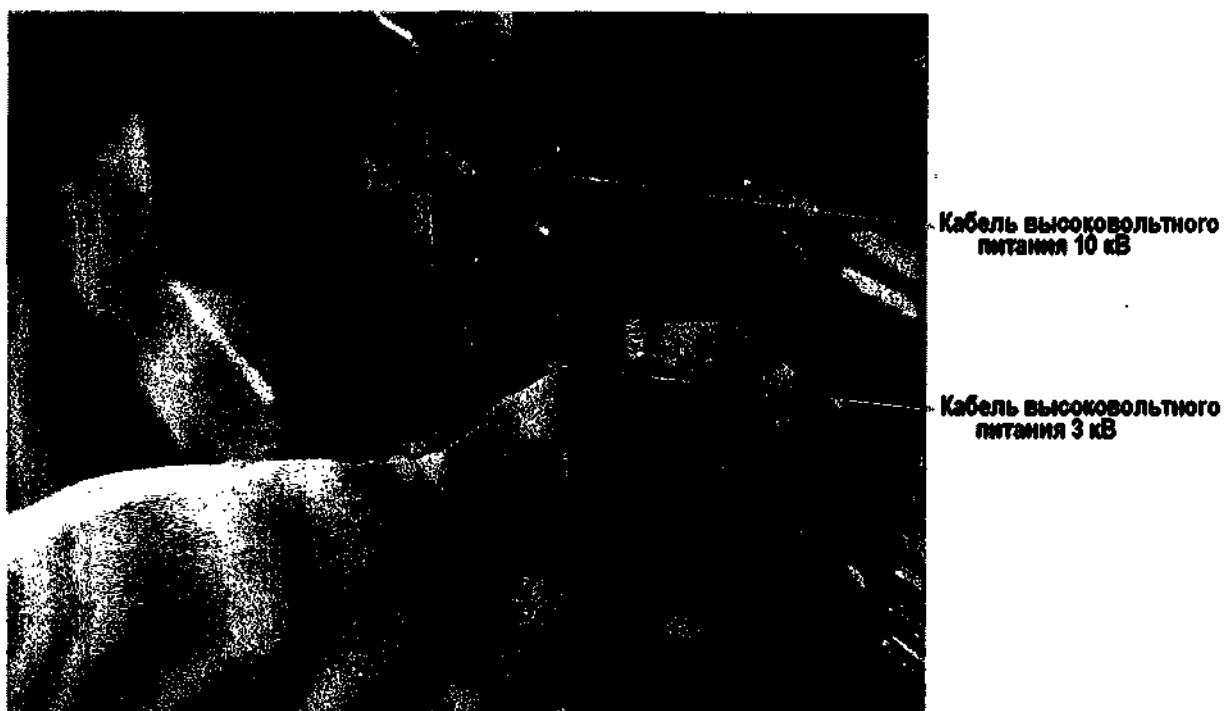


Рисунок 173 – Подключение кабелей высоковольтного питания к детектору

12. Установите на место предварительный усилитель. Подсоедините к нему кабель.

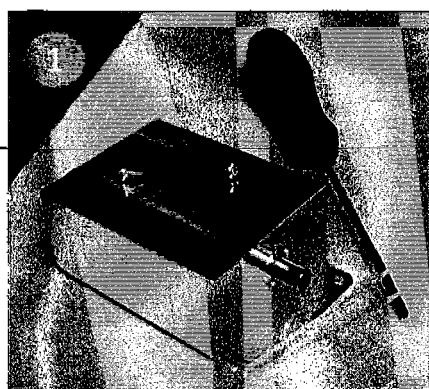


Рисунок 174 – Указания по установке предварительного усилителя

Завершение работ по техническому обслуживанию

1. После выполнения работ по техническому обслуживанию масс-селективного детектора система должны быть полностью собрана.
2. Установите клапан, используемый для запуска воздуха, в закрывающее положение. Для этого, поверните его рукоятку по часовой стрелке до упора.

Клапан, используемый для запуска воздуха в систему



Рисунок 175 – Установка клапана для запуска воздуха в закрывающее положение

3. Установите все снятые крышки на место.
4. Подключите к масс-селективному детектору все отсоединенные кабели (включая кабель питания).
5. Включите масс-селективный детектор так, как описано в подразделе "Включение масс-селективного детектора".

Утилизация прибора

Хроматограф содержит материалы, которые могут быть извлечены и утилизированы в конце жизненного цикла изделия.

Утилизация или уничтожение хроматографа должны производиться в соответствии с соблюдением обязательных требований, предусмотренных специальными документами, правилами, иными нормативными документами, установленными регуляторными органами, уполномоченными в данной области. Утилизации или уничтожению подвергаются элементы или все устройство, если восстановление, ремонт и дальнейшее эксплуатирование невозможно или технико-экономически нецелесообразно. Утилизация или уничтожение должны выполняться сертифицированными специалистами организации, имеющей лицензию на сбор, транспортирование, обработку, утилизацию, обезвреживание и размещение отходов I - IV классов опасности. Производитель, в случае утилизации или уничтожения устройства/элементов устройства оставляет за собой право воспользоваться услугами третьих лиц.

Утилизация хроматографа должна производиться в соответствии с нормами и правилами, действующими в Российской Федерации на момент утилизации.

По окончании срока службы производится съём частей, имеющих непосредственный контакт с образцами, а также слив масла из форвакуумного насоса и съём ловушки паров масла и шлангов. В зависимости от использованных анализированных образцов имевшие контакт с анализированными образцами отходы наборов реагентов и комплектующих (а также слитое масло и потенциально инфицированные шланги и ловушка паров масла форвакуумного насоса) относить к медицинским отходам класса Б «Эпидемиологически опасные отходы» по СанПиН 2.1.7.2790 и утилизировать в соответствующем порядке.

Все внешние поверхности, подлежащие утилизации, необходимо обработать дезинфицирующими средствами согласно методическим указаниям МУ-287-113.

Мероприятия по утилизации неиспользованных изделий должны проводиться в соответствии с требованиями СанПиН 2.1.7.2790 и иных нормативных правовых актов Российской Федерации (при наличии).

Дезинфекция

Все внешние поверхности блоков прибора обрабатываются дезинфицирующими средствами согласно методическим указаниям МУ-287-113 3%-ным раствором перекиси водорода по ГОСТ 177 с добавлением 0,5 % моющего средства типа «Лотос» по ГОСТ 25644.

Упаковка

Основной блок газового хроматографа «МАЭСТРО ГХ» оборачивается в полиэтиленовую пленку по ГОСТ 10354 (марка полиэтиленовой пленки LUX-TOOLS 4 x 2.5 м), упаковывается в картонную коробку (марка картона П-32) и находится между верхним и нижним ложементами из полипропилена. Пленка полиэтиленовая закрепляется либо липкой лентой, либо шпагатом.

Масс-селективный детектор оборачивается в пузырчатую полипропиленовую пленку (марка пленки Вп 2-10-40), упаковывается в картонную коробку и находится между верхним и нижним ложементами из пенопласта (марка пенопласта псб-с35).

Программное обеспечение (ПО) «Маэстро» на электронном носителе (CD) упаковано в бумажный конверт для оптических дисков.

Руководство по эксплуатации и паспорт упакованы в папку для бумаг.

Форвакуумный насос производительностью 4 м³/ч упакован в деревянную коробку.

Устройство автоматического ввода на 16 жидких проб упаковано в картонную коробку, зафиксированную двумя ложементами из полипропилена в картонной коробке.

Капиллярная колонка HP-5MS 30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм упакована в картонную коробку.

Пуско-наладочный комплект упакован в картонную коробку.

Набор расходных материалов упакован в пластмассовую коробку.

А90 220В Кабель питания, капиллярная колонка HP-5MS 30 м, 0,25 мм, 0,25 мкм, пуско-наладочный комплект, набор расходных материалов, программное обеспечение (ПО) «Маэстро» на электронном носителе (CD) в бумажном конверте и эксплуатационная документация вкладываются в коробку основного блока газового хроматографа «МАЭСТРО ГХ».

Для транспортировки хроматограф, принадлежности и эксплуатационные документы укладываются в ящик со средствами амортизации или крепления в таре по ГОСТ 23170. Свободные места заполняются картоном по ГОСТ Р 52901. Допускается использовать в качестве прокладок другие демпфирующие материалы.

Детали, идущие на комплектацию хроматографа в конкретном варианте поставки, упаковываются с применением отдельной упаковки.

Допускается закрепление транспортных упаковок липкой лентой с наименованием предприятия-производителя и шпагатом.

На хроматограф заполняется свидетельство об упаковывании.

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ УПАКОВЫВАНИИ		
Хроматограф газовый лабораторный «МАЭСТРО ГХ» наименование изделия	ТУ 26.60.12-002-14267540-2019 обозначение	№ заводской номер
Упакован	ООО "ИНТЕРЛАБ" наименование или код предприятия изготовителя	
согласно требованиям, предусмотренным в действующей технической документации.		
Начальник производственного отдела должность	личная подпись	расшифровка подписи
год, месяц, число		

Маркировка

Маркировка Хроматографа должна быть выполнена в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50444, ГОСТ 12.2.091, ГОСТ Р ИСО 18113-1, ГОСТ Р ИСО 18113-3, настоящих ТУ и должна наноситься на ярлык или табличку (или в другой форме), которая прикрепляется к корпусу Хроматографа и его составных частей. В маркировке изделия могут быть применены символы в соответствии с ГОСТ Р ИСО 15223 1.

Маркировка на корпусе основного блока Хроматографа содержит:

Краткое наименование Хроматографа;

обозначение настоящих ТУ;

наименование изготовителя и адрес;

месяц и год выпуска (нанесен соответствующий символ);

серийный номер Хроматографа;

знак «IVD»;

номинальное напряжение сети питания;

номинальная частота сети питания;

максимальная номинальная мощность;

номер и дата регистрационного удостоверения медицинского изделия;

товарный знак предприятия-изготовителя (нанесен соответствующий символ);

надпись «МАЭСТРО ГХ»

знак Государственного реестра средств измерения;

стикер с обозначением основного блока Хроматографа и его номером по каталогу;

обозначение выхода делителя потока;

обозначение выхода обдува септы;

обозначения внешних разъемов и интерфейсов на задней панели Хроматографа;

знак «Осторожно! Опасное напряжение!»;

знак «Осторожно! Горячая поверхность»;

надпись «Осторожно!»;

знак «Не прикасаться»;

знак «Внимание, опасность!»;

обозначение используемого газа;

обозначения органов управления и световых индикаторов на клавишном пульте Хроматографа.

Маркировка МСД содержит:

наименование и/или товарный знак предприятия-изготовителя;

надпись «МАЭСТРО – α»;
обозначение МСД;
серийный номер МСД;
стикер с обозначением МСД и его номером по каталогу;
знак «Осторожно! Опасное напряжение!»;
месяц и год выпуска;
номинальное напряжение сети питания;
номинальная частота сети питания;
максимальная номинальная мощность;
знак «Клемма защитного заземления»;
обозначения внешних разъемов и интерфейсов на задней панели.

Маркировка устройства автоматического ввода на 16 жидких проб содержит:

наименование и/или товарный знак предприятия-изготовителя;
обозначение устройства автоматического ввода на 16 жидких проб;
номер по каталогу;
надпись «МАЭСТРО АИ»;
месяц и год производства;
серийный номер;
знак «Внимание на опасность колотых травм!»;

знак «Затягивание кисти и руки. Вращающиеся шестерни»;
знак «Биологическая опасность».

Маркировка форвакуумного насоса содержит помимо предусмотренной производителем информации:

наименование и/или товарный знак предприятия-изготовителя;
обозначение основного блока форвакуумного насоса производительностью 4 куб. м/час;
номер по каталогу;
месяц и год производства;
номинальное напряжение сети питания;
номинальная частота сети питания;
максимальная номинальная мощность;
знак «Осторожно! Опасное напряжение!»;
знак «Осторожно! Горячая поверхность»;
указание входного и выходного отверстий.

Составные части и принадлежности Хроматографа помимо

предусмотренной производителем (в случае покупных изделий) информации содержат маркировку, нанесённую на наклейку предприятия-изготовителя Хроматографа, и содержащую:

наименование и/или товарный знак предприятия-изготовителя;
обозначение составной части или принадлежности Хроматографа;
номер по каталогу.

Допускается нанесение QR-кода или штрих-кода.

Маркировка должна быть выполнена способом, обеспечивающим устойчивость надписей к воздействующим факторам внешней среды в процессе эксплуатации.

Маркировка потребительской упаковки набора расходуемых материалов и пуско-наладочного комплекта содержит:

наименование и/или товарный знак предприятия-изготовителя;
наименование набора/комплекта;
номер по каталогу;
QR-код;
штрих-код.

Транспортная маркировка должна быть выполнена по ГОСТ 14192. На транспортную тару должна быть нанесена маркировка:

- наименование или товарный знак предприятия-изготовителя;
- адрес, контактные данные и сайт предприятия-изготовителя;
- наименование Хроматографа;
- наименование части Хроматографа или его составной части;
- обозначение настоящих ТУ;
- знак IVD;
- манипуляционные знаки («Хрупкое. Осторожно», «Беречь от влаги», «Верх»);
- год и месяц упаковывания;
- знак Государственного реестра средств измерения;
- наименование грузополучателя и пункта назначения;
- наименование грузоотправителя и пункта отправления;
- условия хранения;
- условия транспортирования.

Транспортировка и хранение

Транспортирование хроматографа в упаковке изготовителя может производиться всеми видами крытого транспорта, кроме неотапливаемых отсеков самолетов и морского транспорта, в соответствии с ГОСТ Р 50444 и правилами перевозки грузов, действующими на каждом виде транспорта.

6.1.2 Транспортирование осуществляется при температуре от минус 20°C до плюс 40°C, при влажности не более 80%.

Хроматограф в транспортной упаковке предприятия-изготовителя должен храниться на складах поставщика при температуре от плюс 5°C до плюс 40°C, при влажности не более 80%. Срок хранения без переконсервации не менее одного (1) года.

Указания по поиску причин обнаруженных затруднений

Целью этого подраздела является предоставление некоторых (очень общих) рекомендаций по устранению затруднений, которые могут обнаружиться во время выполнения анализа интересующих химических соединений. Не предоставляется возможным создать исчерпывающую таблицу способов преодоления возникших сложностей. Поэтому, далее рассматриваются лишь некоторые возможные причины наиболее часто наблюдаемых затруднений.

Таблица 16 – Наиболее часто возникающие затруднения и способы их устранения

Возникшее затруднение	Что следует проверить
	Правильно ли задан режим регистрации индивидуальных ионов (SIM) масс-селективным детектором? Убедитесь в правильности указания ионов, зон времени, момента начала и завершения регистрации
	Выполните автоматическую настройку масс-селективного детектора. Сопоставьте ее результаты с сохраненными результатами предшествующих настроек. Проверьте, что изменилось? В частности, проверьте напряжение на электронном умножителе
	Проверьте правильность указания параметров, определяющих режим работы испарителя для капиллярной колонки. В частности, проверьте указание момента начала продувки. Если момент начала продувки совпал с моментом начала введения образца импульсом давления, образец в колонку не попадет
Отсутствие пиков	Убедитесь в отсутствии сообщения об ошибке, выведенного устройством автоматического ввода на 16 жидких проб
	Проверьте состояние вставки в испаритель для капиллярной колонки. Если пользуетесь вставкой, содержащей пробку из силанизированной стекловаты, возможно, что эта пробка оказалась избыточно загрязненной. Попробуйте заменить вставку в испаритель и находящееся на ней уплотнительное кольцо. Обратите внимание на то, что для такой замены придется выключить масс-селективный детектор
	Убедитесь в отсутствии утечек из мест подсоединения колонки к испарителю или к интерфейсу (устройству сопряжения с масс-селективным детектором) Проверьте, вводился ли проба из правильно указанной виалы

Возникшее затруднение	Что следует проверить
	Проверьте состояние септы в испарителе для капиллярных колонок. Просмотрите записи в рабочем журнале. Давно ли заменяли септу? Учтите, что для замены септы необходимо выключить масс-селективный детектор
	Проверьте состояние прокладки виалы с интересующей пробой
	Засорился шприц, установленный в устройство автоматического ввода на 16 жидких проб. Прочистите или замените этот шприц
	Используется ли в хроматографе система экономии газа. Если используется, проверьте правильность указания режимов ее работы
Избыточный уровень шума на базовой линии	Проверьте сроки хранения проб. Возможно, что эти сроки превышены
	Проверьте степень чистоты используемых реактивов и химических стандартов. Соответствует ли она требуемой?
	Проверьте состояние хроматографической колонки. Запросите выполнение хроматографической разгонки без введения пробы. Проверьте стабильность базовой линии. Убедитесь, что при конечной (высокой) температуре термостата регистрируется пологая базовая линия. Попробуйте задать более высокую (но допустимую для колонки) температуру. Увеличьте
	продолжительность выдержки при этом температуре до десятка минут. Остается ли базовая линия горизонтальной? Если регистрируется падение базовой линии, это свидетельствует о том, что из колонки не были удалены все накопившиеся в ней вещества
	Возможно, что хроматографическая колонка испорчена и требует замены
При запрограммированном изменении температуры термостата наблюдается крутой подъем регистрируемой базовой линии	Правильно ли выбрана колонка? Есть ли приставка MS в ее названии? Колонки, имеющие такую приставку предназначены для работы с масс-селективным детектором. Они характеризуются минимальной степенью уноса неподвижной фазы
	Правильно ли была кондиционирована колонка? См. указания про кондиционированию колонки в документации ее завода-изготовителя (поставленной вместе с колонкой)
	Возможно, что колонка испорчена
Плохая воспроизводимость высот или площадей пиков	Проверьте правильность указания промывок растворителем, оговоренных при составлении программы действий для устройства автоматического ввода на 16 жидких проб

Возникшее затруднение	Что следует проверить
	Проверьте, не закончился (не испарился ли) промывочный растворитель
	Недостаточная степень чистоты промывочного растворителя в виае устройства для автоматического ввода на 16 жидких проб
	Установите в устройство для автоматического ввода на 16 жидких проб виалу со свежим промывочным растворителем
	Убедитесь, что поршень шприца устройства автоматического ввода перемещается беспрепятственно. Если это не так, замените шприц новым
	Проверьте записи в журнале работ по выполнению технического обслуживания газового хроматографа. Своевременно производилась ли замена встроенной в хроматограф химической ловушки (установленной в канал деления потока)? Если эту ловушку не заменяли своевременно, это приводит к нестабильности работы системы электронного регулирования потоков

Если причину возникновения затруднения не удастся определить и устранить самостоятельно, обратитесь за помощью к ближайшему представительству компании ИнтерЛаб.

Приложение А. Перечень документов, на которые даны ссылки в настоящем Руководстве

Перечень документов, на которые даны ссылки в данном Руководстве, представлен в таблице А.1

Таблица А.1

Обозначение	Наименование
Приказ Минздрава России от 06.06.2012 № 4н	Об утверждении номенклатурной классификации медицинских изделий
ГОСТ 15150-69	Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды
ГОСТ Р 50444-92	Приборы, аппараты и оборудование медицинские. Общие технические условия
ГОСТ 12.2.091-2012 (ПЕС 61010-1:2001)	Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения. Часть 1. Общие требования
ГОСТ ПЕС 61010-2-081- 2013	Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 2-081. Частные требования к автоматическому и полуавтоматическому лабораторному оборудованию для проведения анализов и других целей
ГОСТ ПЕС 61010-2-101- 2013	Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 2-101. Частные требования к медицинскому оборудованию для лабораторной диагностики (IVD)
ГОСТ Р МЭК 62304-2013	Изделия медицинские. Программное обеспечение. Процессы жизненного цикла
ГОСТ Р 51188-98	Защита информации. Испытания программных средств на наличие компьютерных вирусов. Типовое руководство
ГОСТ Р ИСО/МЭК 12119- 2000	Информационная технология (ИТ). Пакеты программ. Требования к качеству и тестирование
ГОСТ 9.014-78	Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Временная противокоррозионная защита изделий. Общие требования
ГОСТ 8984-75	Силикагель-индикатор. Технические условия
МУ-287-113	Методические указания по дезинфекции, предстерилизационной очистке и стерилизации изделий медицинского назначения
ГОСТ 177-88	Водорода перекись. Технические условия
ГОСТ 25644-96	Средства моющие синтетические порошкообразные. Общие технические требования

Обозначение	Наименование
ГОСТ Р ИСО 15223-1-2014	Изделия медицинские. Символы, применяемые при маркировании на медицинских изделиях, этикетках и в сопроводительной документации. Часть 1. Основные требования
ГОСТ Р ИСО 18113-1-2015	«Медицинские изделия для диагностики in vitro. Информация, предоставляемая изготовителем (маркировка). Часть 1. Термины, определения и общие требования»
ГОСТ Р ИСО 18113-3-2015	«Медицинские изделия для диагностики in vitro. Информация, предоставляемая изготовителем (маркировка). Часть 3. Инструменты для диагностики in vitro для профессионального применения»
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов
ГОСТ Р МЭК 61326-1-2014	Оборудование электрическое для измерения, управления и лабораторного применения. Требования электромагнитной совместимости. Часть 1. Общие требования
ГОСТ Р МЭК 61326-2-6-2014	Оборудование электрическое для измерения, управления и лабораторного применения. Требования электромагнитной совместимости. Часть 2-6. Частные требования. Медицинское оборудование для диагностики в лабораторных условиях
ГОСТ 23941-2002	Шум машин. Методы определения шумовых характеристик. Общие требования
ГОСТ Р ИСО 3746-2013	Акустика. Определение уровней звуковой мощности и звуковой энергии источников шума по звуковому давлению. Ориентировочный метод с использованием измерительной поверхности над звукоотражающей плоскостью
ГОСТ 427-75	Линейки измерительные металлические. Технические условия
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ГОСТ 23170-78	Упаковка для изделий машиностроения. Общие требования
ГОСТ Р 52901-2007	Картон гофрированный для упаковки продукции. Технические условия
ГОСТ 10354-82	Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ПНД Ф 12.13.1-03	Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)
Приказ Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 25 марта 2014 года N 116	Об утверждении Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности "Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением"

Обозначение	Наименование
СанПиН 2.1.7.2790-10	Санитарно-эпидемиологические требования к обращению с медицинскими отходами

Приложение Б. Руководство по пользованию программного обеспечения «Маэстро»

1. Краткое пособие для быстрого освоения

Данный раздел поясняет структуру программного обеспечения и схемы действий, необходимых для решения типовых задач. Каждое из пояснений сопровождается ссылками на разделы основной части Руководства, в которых можно найти более подробные пояснения.

1.1. Структура программного обеспечения

3 основных программы + база данных

Программное обеспечение состоит из трех прикладных программ с единой местной базой данных (БД). Вся информация, получаемая от прибора; все параметры, методы, результаты калибровок (и прочее) хранятся в базе данных. Реализуется возможность экспорта или импорта этих данных в файл или из файла.

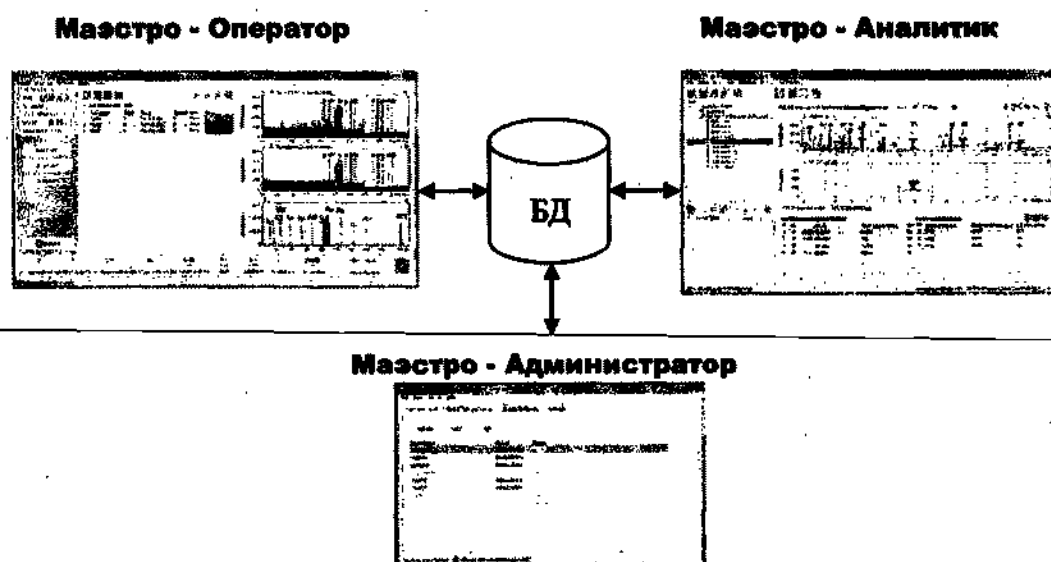


Рисунок 176 – Структура программного обеспечения «Маэстро»

Прикладная программа Маэстро-Оператор

Осуществляет управление прибором, а именно: автоматическую настройку, управление измерениями, сбор и сохранение данных в БД. Программа дает возможность и редактировать реализуемый прибором метод регистрации данных.

Прикладная программа Мазетро-Аналитик

Выполняет все операции по обработке данных, реализации различных типов анализа, составлению отчета.

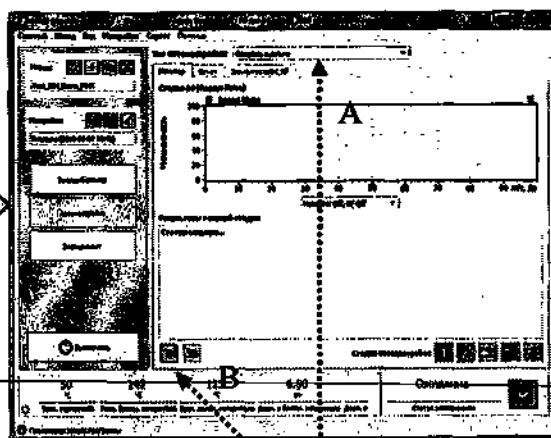
Прикладная программа Мазетро-Администратор

Предоставляет доступ к редактированию БД, управлению учетными записями работников, а также к инструментам подключения спектральных библиотек.

1.2. Подготовка к работе



Включите хроматограф или (если это было сделано ранее) убедитесь, что хроматограф находится в состоянии готовности к работе



Нажатием клавиши Автонастройка в основном окне запросите переход в режим автоматической настройки.



Выполните автоматическую настройку. Для этого выбрать тип настройки в строке A и запустить процесс нажатием клавиши B

Для настройки МСД на оптимальные чувствительность и разрешающую способность, следует выбрать тип Complete autotune (полная настройка). Для проверки характеристик МСД следует выбрать тип Verification tune (Operator) [подтверждение правильности настройки оператором].

Рисунок 177 – Указания по настройке прикладной программы Мазетро-Оператор

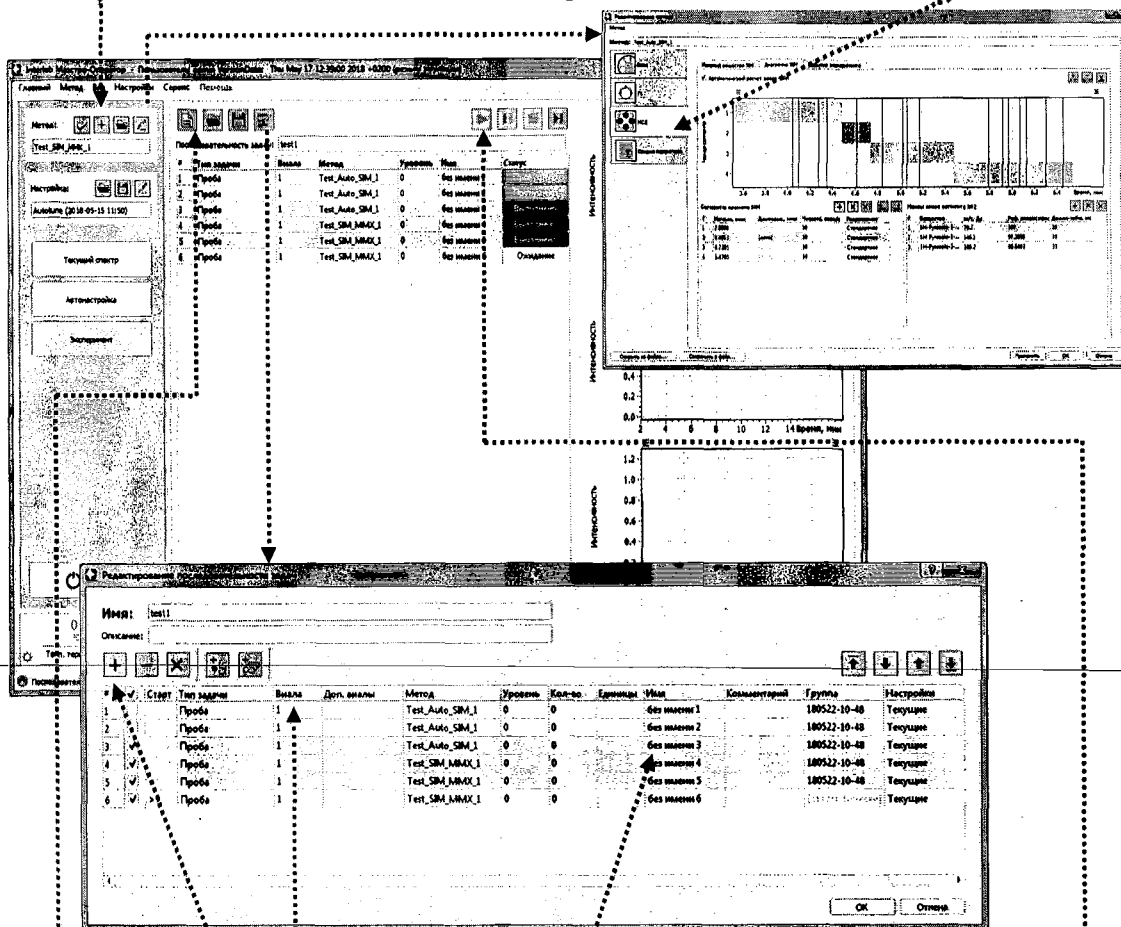
1.3. Подготовка к реализации хроматографических разгонок и проведение серии анализов



Создайте метод, оговаривающий все настройки прибора. Выберите режим SIM (регистрация индивидуальных ионов) или Scan (сканирование).



На соответствующих страницах Редактора метода отредактируйте параметры и режимы работы газового хроматографа, устройства автоматического ввода и масс-селективного детектора



Укажите последовательность решения задач. В окне Редактора заполните строки последовательность (добавляя задачи). Для каждой задачи укажите номер виалы с пробой и название эксперимента. С этой информацией данные будут сохранены в БД.



Запросите выполнение последовательности решения задач. После завершения запланированных анализов, данные будут доступны для просмотра и обработки с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик.

Рисунок 178 – Указания по предварительной настройке сканирования в прикладной программе Маэстро-Оператор

1.4. Обработка данных: библиотечный поиск соответствия спектрограммам, зарегистрированным в режиме сканирования (Scan)

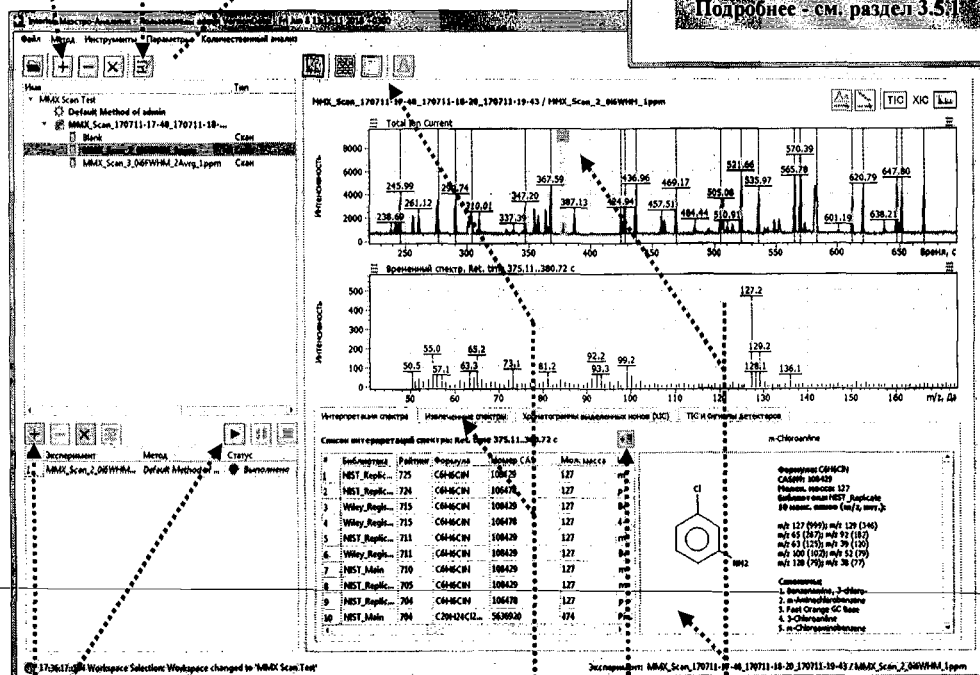
Загрузите в Рабочий набор данных программы Маэстро-Аналитик данные эксперимента, выполненного в режиме сканирования (Scan)

Подробное описание дано в подразделе 3.2

2

Настройте аналитический метод выбором спектральных библиотек, используемых для поиска

Подробнее - см. раздел 3.5



Автоматически:

Настройте формат отчета на странице Отчет в Редакторе аналитического метода

4

Добавьте эксперимент в Очередь обработки данных. Запустите выполнение.

5

После завершения обработки, ознакомьтесь с результатами и отчетом

3

Вручную:

Выберите зону хроматограммы полного ионного тока (TIC) для получения спектрограммы. Результаты библиотечного поиска будут показаны на странице Интерпретация спектра

Если требуется, запишите спектрограмму с результатами ее расшифровки в Таблицу извлеченных спектров

Рисунок 179 – Настройка обработки данных в прикладной программе Маэстро-Оператор

1.5. Получение результатов калибровки и построение калибровочного графика, требующихся для количественного анализа



Создайте метод регистрации индивидуальных ионов (SIM) для анализа образцов с разными уровнями концентрации калибровочного стандарта



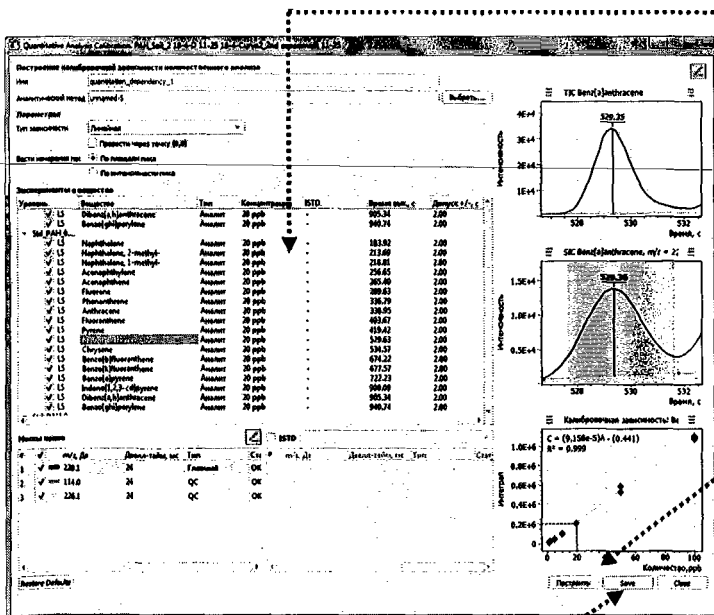
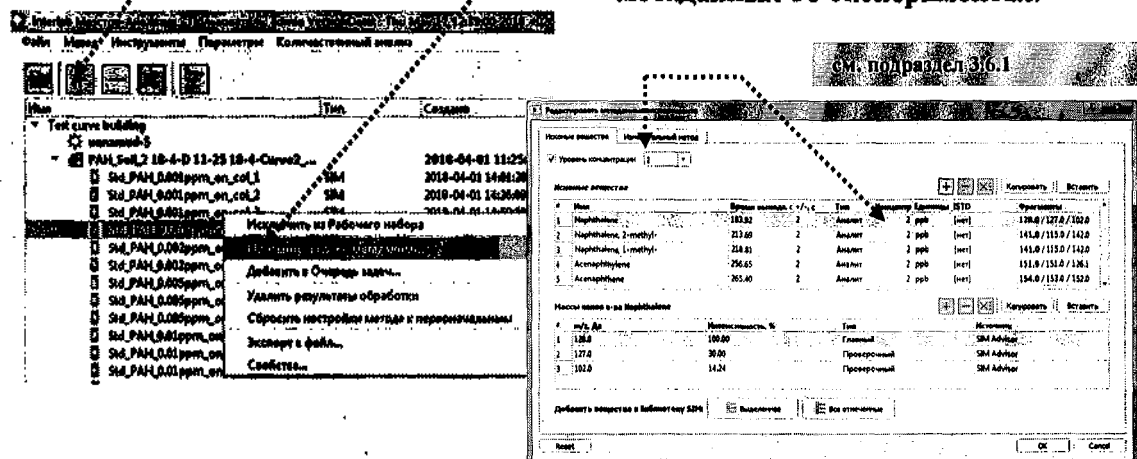
Создайте последовательность подлежащих решению задач с указанием номеров виал с калибровочными стандартами, соответствующих уровней концентрации стандартов и единиц измерения



Провести измерения



Загрузите в программу Маэстро-Аналитик полученный набор экспериментальных данных. Проверьте уровни концентраций в метаданных об экспериментах.



Начать Диалог построения калибровочного графика. Данные экспериментов будут загружены автоматически. Получить калибровочный график нажатием Построить



Сохранить результаты калибровки нажатием клавиши Save (запись в память). Соответствующий объект данных попадет в Рабочий набор.

Рисунок 180 – Получение результатов калибровки в прикладной программе Маэстро-Оператор

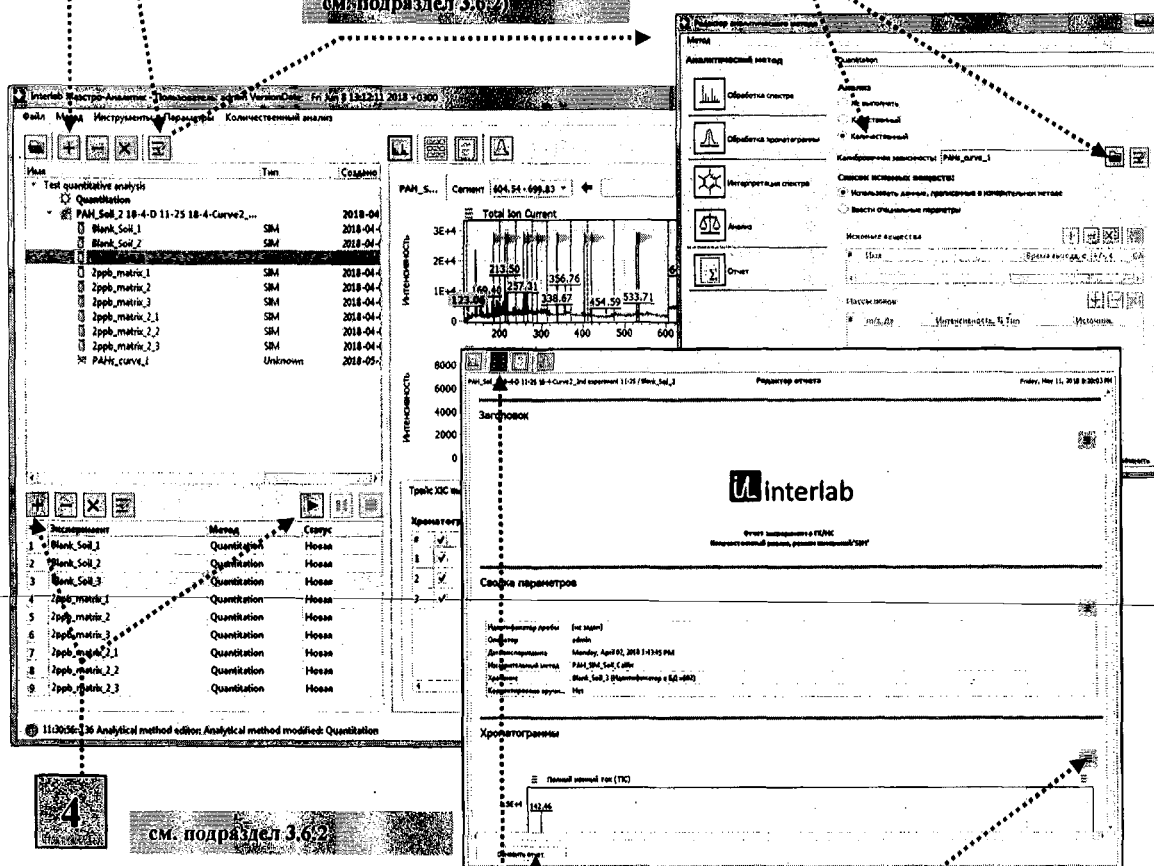
1.6. Количественный анализ

1 Пользуясь тем же методом, при работе с которым получали калибровочные данные, выполните анализы интересующих проб

2 В программу Маэстро-Аналитик загрузите полученные данные и результаты калибровки. Для этой цели рекомендуется создать отдельный рабочий набор данных.

3 Отредактируйте метод, используемый для анализа. В разделе Анализ выберите вариант Количественный и укажите результаты калибровки (взятые из рабочего набора). В разделе Отчет воспользуйтесь шаблоном Количественный / качественный анализ

см. подраздел 3.6.2



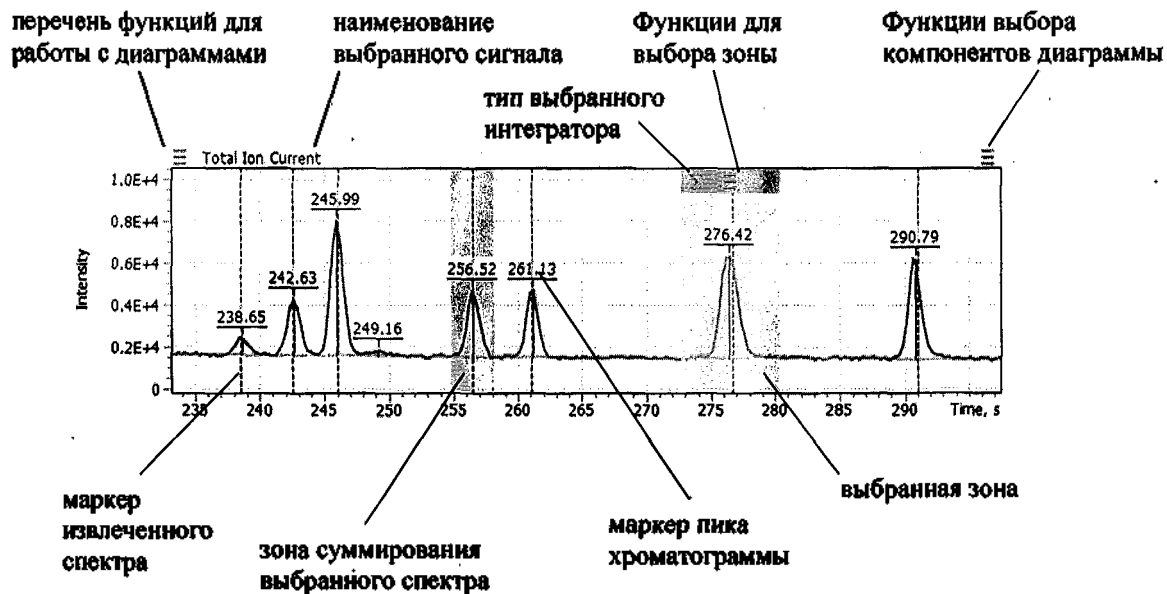
4 Составить очередь задач из загруженных экспериментов со ссылкой на метод, используемый для анализа. Запросить обработку данных.

5 После завершения обработки, активируя эксперименты в рабочем наборе, просмотреть результаты анализа. При необходимости отредактировать отчет с помощью Редактора отчетов.

Рисунок 181 – Настройки количественного анализа в прикладной программе Маэстро-Оператор

1.7. Работа с масс-хроматограммами

Пример №1: Хроматограмма, зарегистрированная по полному ионному току (TIC), с данными, полученными в режиме сканирования (Scan)



Пример №2: Хроматограммы, зарегистрированные по полному ионному току (TIC), с данными, полученными при регистрации извлеченных ионов (т.е. в режиме SIM)

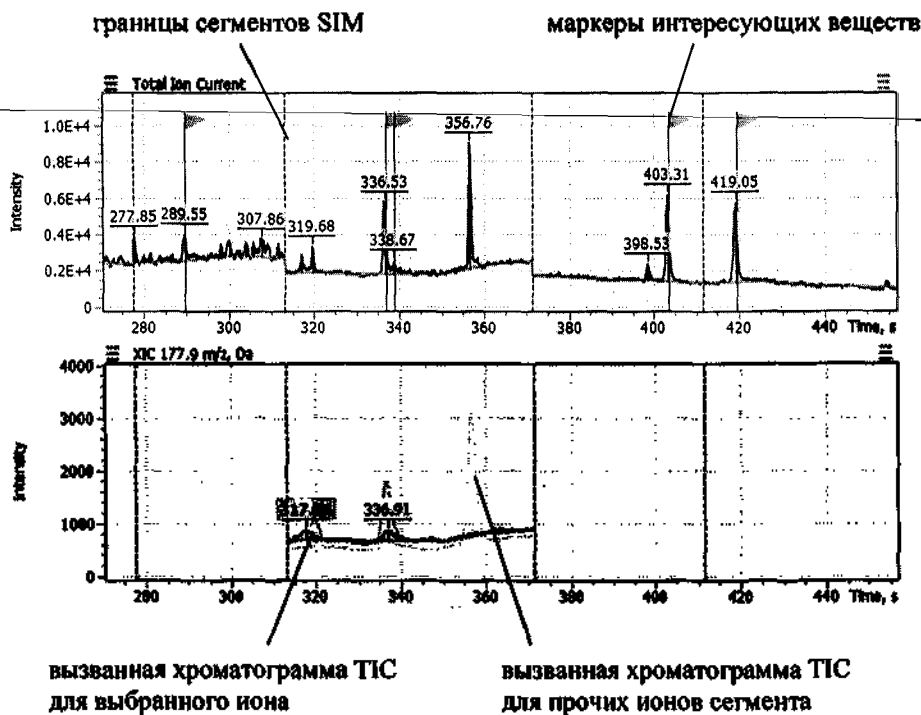


Рисунок 182 – Примеры хроматограмм

2. Прикладная программа Маэстро-Оператор

Главное окно программы имеет 3 рабочие зоны: панель выбора режима работы (1,2,3 на рис. 210), панель индикаторов состояния прибора (4 на рис. 210) и панель выбранного режима работы (5 на рис. 210).

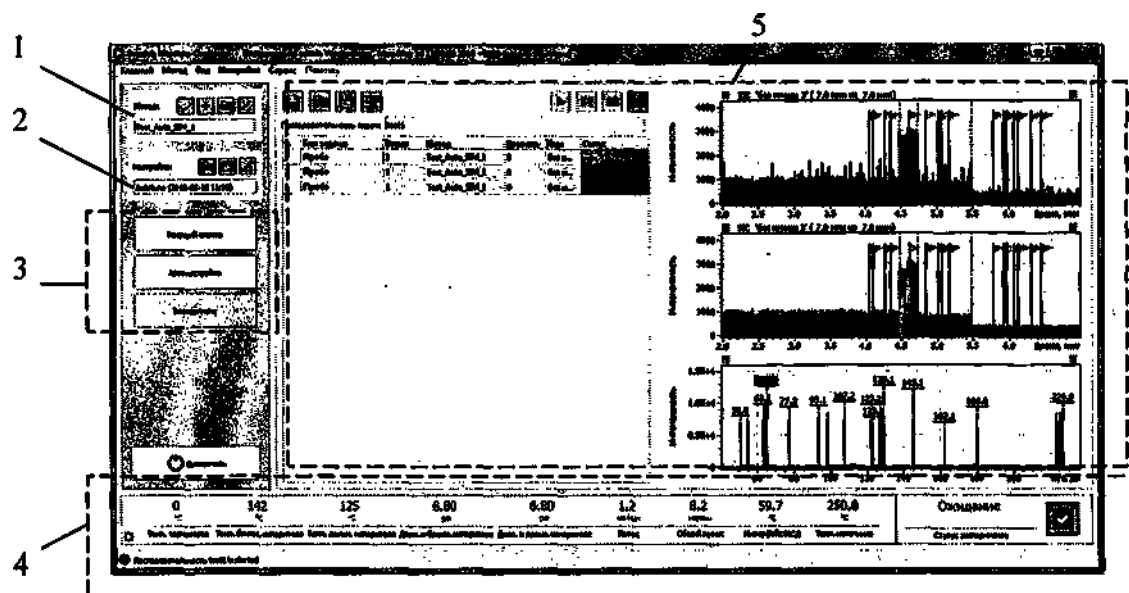


Рисунок 183 – Главное окно прикладной программы Маэстро-Оператор:

- 1 - панель используемого метода регистрации;
- 2 - панель используемого перечня настроек;
- 3 - кнопки-переключатели режимов работы;
- 4 - панель с информацией о состоянии прибора;
- 5 - панель выбранного режима работы (показан вид панели в режиме проведения эксперимента).

2.1. Порядок действий при работе с программой

- После включения масс-селективного детектора (МСД), достижения нужной степени разрежения и прогрева источника ионов, система переходит в режим готовности к работе. Достижение параметрами требуемых уровней значений можно контролировать по показаниям панели 4 (рис. 183).

За состоянием разных зон и узлов прибора можно следить по показаниям панели 4.

- Перед проведением анализов (экспериментов), владелец системы переводит прибор в режим Автонастройка (нажатием клавиши Автонастройка на панели 3, рис. 183) и запускает нужный вид автоматической настройки или проверку состояния масс-селективного детектора [Verification tune (Operator)].

Автоматическая настройка выводит параметры МСД на оптимальный уровень. Такая настройка может проводиться один раз в несколько дней, либо чаще (по мере необходимости). Оценке эксплуатационных характеристик МСД способствует процедура проверки (Verification tune) - сокращенный вариант настройки, рабочие параметры не изменяющий. Подробное описание видов автоматической настройки и действий, необходимых для ее проведения, приведено далее.

- После окончания автоматической настройки полученный (настроечный) файл автоматически сохраняется в БД и загружается в панель 2 (принимает статус используемого). Все последующие операции с МСД будут производиться с использованием этим настроечным файлом.

Владелец системы, при необходимости, может вернуться к ранее полученным настроечным файлам с помощью нажатия клавиши, имеющихся на панели 2 (для вызова интересующего настроечного файла из базы данных).

- Перевод в режим выполнения анализа (проведения эксперимента) обеспечивается нажатием клавиши Эксперимент на панели 3, рис. 183). Затем, владелец системы может создать новый метод работы с прибором (метод регистрации) или вызвать уже созданный из базы данных (БД), пользуясь клавишами панели 1 (рис. 183).

Метод регистрации - совокупность параметров, описывающих режим и алгоритм работы устройства автоматического ввода на 16 жидких проб, газового хроматографа и масс-селективного детектора в процессе выполнения анализов (проведения экспериментов). Редактированию метода способствует диалоговое окно Редактора, вызываемый нажатием клавиши панели 1 (рис.184). Можно поступить и иначе: выбрать функцию Правка из перечня, раскрываемого через слово Метод в главном окне программы.

- Создается последовательность подлежащих решению задач, которая может содержать одну или несколько задач (т.е. предусматривать проведение одного или нескольких анализов [экспериментов]).

Задача - элемент последовательности задач, в котором указывается номер вials с пробой; измерительный метод (т.е. заданный прибору метод); название, под которым должны сохраняться данные (могут быть оговорены и прочие вспомогательные параметры).

- Вials с пробами устанавливаются в гнезда устройства автоматического ввода, указанные в последовательности подлежащих решению задач. Затем, подается команда приступить к выполнению последовательности задач.
- Система выполняет анализы автоматически. Полученные данные отображаются на панели 5 (рис. 183) и сохраняются в базе данных (БД) в качестве результатов экспериментов (т.е. результатов анализов).
- Дальнейшая работа с полученными данными обеспечивается прикладной программой Маэстро-Аналитик.

Результат эксперимента - объект (файл), хранящийся в базе данных (БД), в котором содержатся результаты одного анализа, проведенного с помощью газового хроматографа, оснащенного устройством автоматического ввода на 16 жидких проб и масс-селективным детектором. Результаты эксперимента являются основной "единицей" хранения данных программным обеспечением Маэстро. Ради повышения удобства хранения предусмотрены группы результатов экспериментов (группа - аналог папки в системе хранения файлов).

Итак, программным обеспечением Маэстро используются два метода:

- а. Метод регистрации, определяющий режим работы прибора и способ регистрации данных (в некоторых выводимых на экран изображениях этот метод назван инструментальным).
- б. Метод, используемый при анализе (т.е. при обработке данных). В некоторых выводимых на экран изображениях этот метод назван аналитическим.

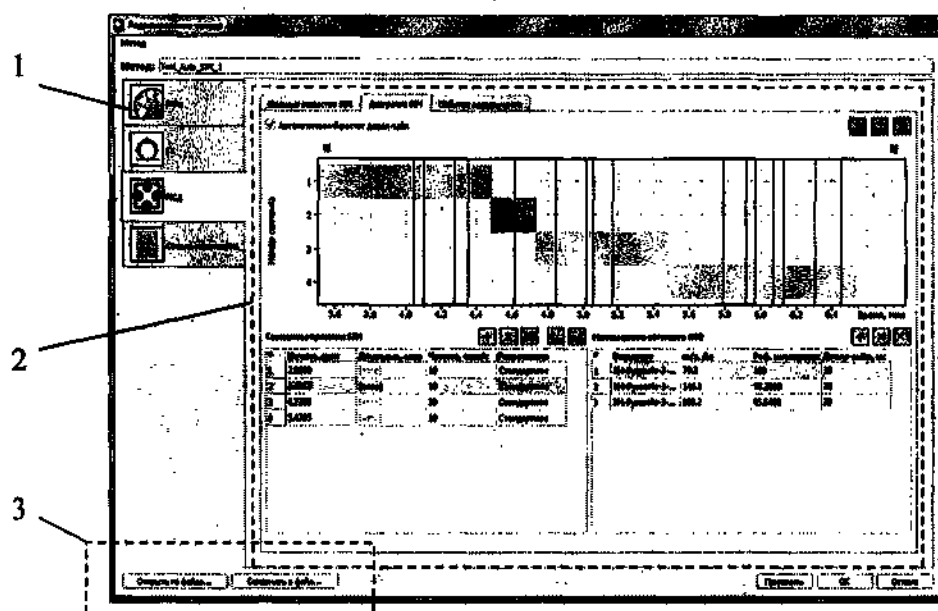


Рисунок 184 – Диалоговое окно Редактора метода:

- 1 - клавиши для переключения страниц метода
- 2 - содержимое раскрытой страницы (страницы настроек масс-селективного детектора на работу в режиме SIM (режиме регистрации индивидуальных ионов)
- 3 - клавиши для импорта или экспорта метода в файл, или из файла

2.2. Создание и настройка метода, определяющего работу прибора (метода регистрации)

Метод регистрации - объект данных, содержащий информацию о параметрах, режимах и программе действий, выполняемых прибором в процессе анализа (проведения эксперимента). Выбранный метод, загруженный в прикладную программу Мазстро-Оператор, показывается панелью 1 (рис. 184). Вид этой панели представлен на рис. 185.

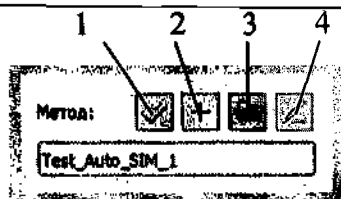


Рисунок 185 – Панель выбранного метода:

- 1 - передача выбранного метода газовому хроматографу
- 2 - создание нового метода
- 3 - загрузка метода из базы данных (БД)
- 4 - вызов Редактора метода

Метод регистрации состоит из 3-х основных разделов, каждому из которых соответствует индивидуальная страница в Редакторе метода (рис. 184):

- Параметры устройства автоматического ввода проб;
- Параметры газового хроматографа;
- Параметры масс-селективного детектора (МСД)

Состав каждого из разделов зависит от используемой оснастки. В случае раздела Параметры МСД, состав определяется режимом регистрации: Скан (сканирование) или SIM (регистрация индивидуальных ионов).

Важно: режим регистрации масс-селективным детектором [Скан (сканирование) или SIM (регистрация индивидуальных ионов)] задается на начальном этапе создания метода, после чего не может быть изменен.

Создать новый метод помогает служебная программа "Мастер создания метода", вызываемая нажатием клавиши 2 (рис. 186). Пользуясь отдельными страницами этой служебной программы, владелец системы вводит название нового метода, указывает используемый детектор, выбирает режим регистрации масс-селективным детектором (МСД).

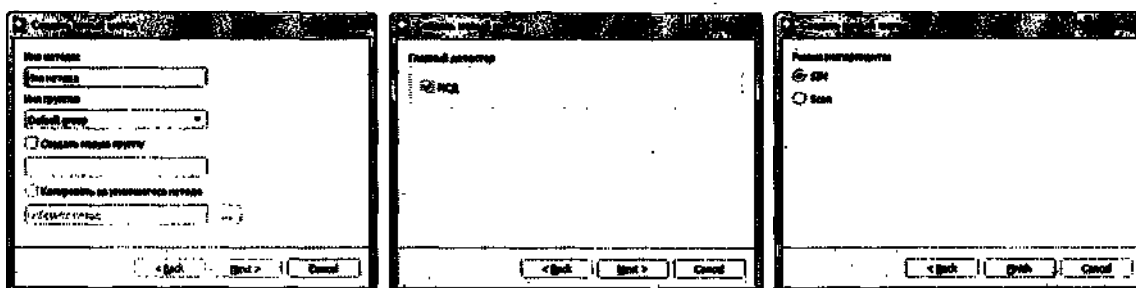


Рисунок 186 – Страницы служебной программы "Мастер создания метода"

После завершения пользования этой служебной программой, вновь созданный метод открывается в окне Редактора метода, дающем возможность отредактировать нужные параметры.

Примечание: программном обеспечении Мазстро (помимо служебной программы "Мастер создания метода") используется и другая служебная программа: SIM Wizard, дающая возможность автоматического создания метода SIM (метода регистрации индивидуальных ионов) по результатам, накопленным в режиме сканирования (Скан). Работа с этой служебной программой описана в соответствующем подразделе, посвященном прикладной программе Мазстро-Аналитик.

2.2.1. Указание параметров для газового хроматографа в создаваемом методе

На странице параметров для газового хроматографа приходится указывать следующие группы параметров (далее [в скобках] указаны номера панелей изображения на рис. 187, приведенном на следующей странице):

- параметры хроматографической колонки (3);
- скорость потока газа-носителя (4);
- режимы работы испарителя для капиллярной колонки (1);
- программу управления термостатом газового хроматографа (3);
- температурный режим интерфейса (устройства сопряжения с МСД).

Подробное описание каждой группы параметров будет приведено далее.

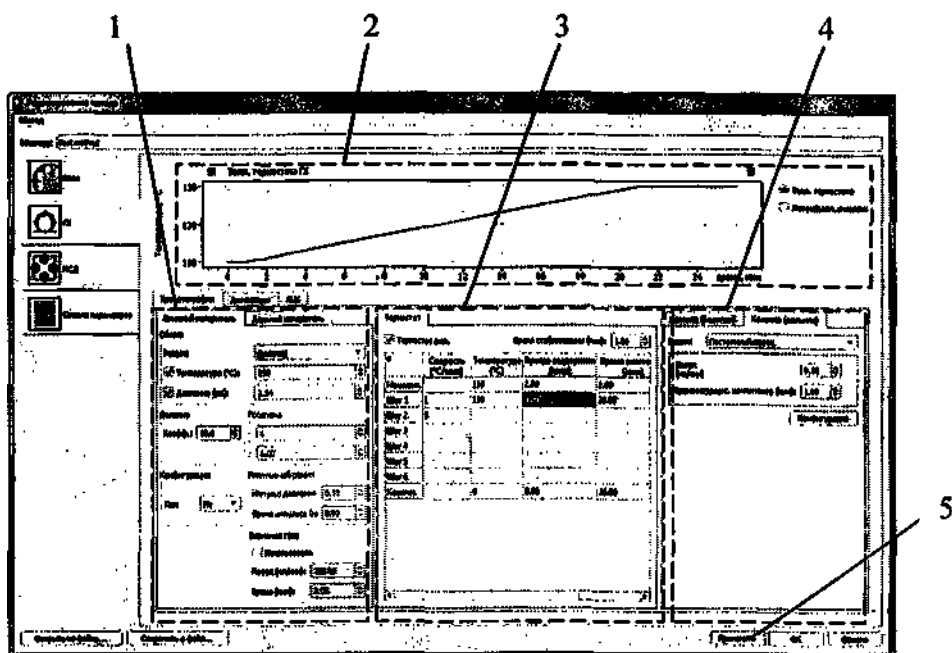


Рисунок 187 – Страница параметров для газового хроматографа

2.2.2. Режимы работы испарителя для капиллярной колонки

Возможно использование нескольких режимов работы испарителя для капиллярных колонок (режимов, выбираемых в строке Режим панели 1 на приведенном выше рисунке). Реализуются следующие режимы: деление, без деления, без деления (импульсный), деление (импульсный). После выбора каждого из этих вариантов, вид панели изменяется. Появляются или убираются поля требуемых (или оказавшихся лишними) параметров. Это защищает от ошибок в программировании правильной работы испарителя для капиллярной колонки.

Примечание: Для любого из режимов работы испарителя на панели 1 рисунка, приведенного выше, может быть задан дополнительный вариант: режим экономии газа-носителя. Экономия сводится к перераспределению (уменьшению) потоков газа после завершения введения пробы в хроматографическую колонку. Самой системой (по умолчанию) пользование этим вариантом не предполагается. При желании его выбрать, поставьте галочку в квадрат, подтверждающий выбор.

2.2.3. Параметры термостата ГХ

Газовый хроматограф может работать как при неизменной температуре термостата (этот режим принято называть изотермическим), так и при запрограммированном изменении температуры. Выбранный вариант работы определяется заполнением таблицы управления температурой термостата (таблицы, находящейся на панели 3 приведенного выше рисунка).

The screenshot shows a software interface for programming a thermostat. It features a table with four columns: 'Скорость' (Speed), 'Температура' (Temperature), 'Время выдержки' (Hold time), and 'Время охлаждения' (Cooling time). The table is divided into sections for 'Начальная' (Initial), 'Шаг 1' through 'Шаг 6' (Steps), and 'Конечная' (Final). Callout 1 points to the 'Температура' column in the initial section. Callout 2 points to the 'Время выдержки' column in the initial section. Callout 3 points to the 'Скорость' column in the 'Шаг 1' row. Callout 4 points to the 'Время охлаждения' column in the 'Шаг 6' row.

	Скорость °C/мин	Температура °C	Время выдержки мин	Время охлаждения мин
Начальная	0	60	0.30	10.30
Шаг 1	20	150	2.00	7.00
Шаг 2	20	250	4.00	14.35
Шаг 3	0			
Шаг 4				
Шаг 5				
Шаг 6				
Конечная	0	0.00		

Рисунок 188 – Таблица программирования работы термостата. Показан пример запрограммированного изменения температуры

Таблицей указываются исходная температура (в ячейке 1 на приведенном выше рисунке) и продолжительность выдержки при этой температуре (ячейка 2; там же). Ради обеспечения условий наиболее сложных хроматографических разделений, часто приходится программировать несколько этапов (шагов) линейного изменения (для чего используется та часть таблицы, которая обозначена (на этом же рисунке), как зона 3. Чтобы задействовать очередной добавляемый сегмент (шаг), следует вписать в столбец Скорость (столбец новой строки) соответствующее значение, не равное нулю.

Если хроматографическое разделение должно производиться при неизменной температуре, в таблице оставляется лишь одна строка (как на рисунке, показанном ниже).

This screenshot shows the same thermostat programming table as Figure 188, but with only the 'Начальная' (Initial) row populated. The 'Шаг' (Steps) rows are empty, indicating a constant temperature program.

	Скорость °C/мин	Температура °C	Время выдержки мин	Время охлаждения мин
Начальная	0	60	0.30	10.30
Шаг 1				
Шаг 2				
Шаг 3				
Шаг 4				
Шаг 5				
Шаг 6				
Конечная	0	0.00		

Рисунок 189 – Вид таблицы, соответствующей разделению при неизменной температуре

В любом случае, продолжительность хроматографической разгонки определяется продолжительностью запрограммированного изменения температуры термостата или временем выдержки при неизменной температуре (т.е. рассматриваемой здесь таблицей).

Важно: Время, затрачиваемое на анализ пробы (определяемое программой работы термостата), должно учитываться при программировании работы масс-селективного детектора.

Обратите внимание на нижнюю строку таблицы, показанную на приведенном выше рисунке. Эта строка дает возможность запрограммировать дополнительный прогрев колонки после завершения хроматографического разделения. Нужно лишь указать температуру и время выдержки.

2.2.4. Параметры хроматографической колонки

Наличие в газовом хроматографе системы электронного регулирования потоков вынуждает задавать параметры хроматографической колонки. Наличие информации об этих параметрах дает возможность получать воспроизводимые хроматографические разделения независимо от температуры воздуха в лаборатории или от величины атмосферного давления. По мере изменения температуры термостата, сопротивление колонки потоку газа изменяется. Поэтому, сведения о габаритных размерах колонки и о толщине пленки неподвижной фазы дают возможность сохранять скорость потока через колонку постоянной или поддерживать давление на колонке постоянным (без чего не удастся получать воспроизводимые хроматографические разделения в течение всего срока эксплуатации газового хроматографа).

При создании нового метода и при изменениях режимов работы, необходимо указывать обсуждаемые здесь характеристики колонки и способ регулирования скорости потока через колонку или давления на колонке.

Длина капиллярной колонки, ее диаметр и толщина пленки неподвижной фазы (программой используется параметр "толщина покрытия") указываются в секторе, появляющемся на экране после нажатия клавиши Конфигурация задаются в диалоговом окне, вызываемом кнопкой "Конфигурация" (см. приведенный ниже рисунок). Эта же клавиша показана на панели 4 рисунка 287.

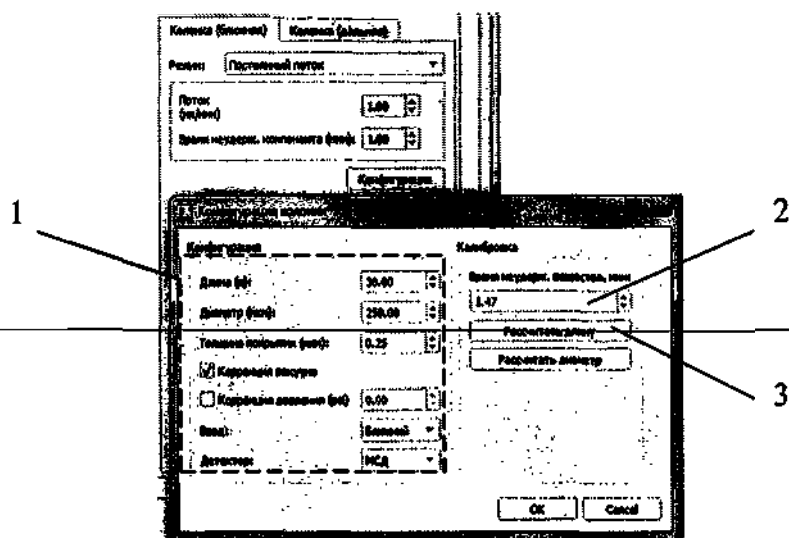


Рисунок 190 – Сектор с указанием параметров хроматографической колонки

Если точная длина колонки не известна (например, из-за того, что колонку при техническом обслуживании укорачивали) можно:

- прокалибровать длины колонки по времени выхода пика не удерживаемого колонкой вещества (например, воздуха);
- для этого, требуется записать такое время в поле 2 (рис. 190);
- после чего, запросить информацию о длине колонки нажатием клавиши Рассчитать длину (позиция 3 на приведенном выше рисунке).

Можно запросить и информацию о диаметре колонки (нажатием клавиши Рассчитать диаметр после того, как длина колонки указана в зоне 1 приведенного выше рисунка), Но диаметр колонки (как правило) всегда известен.

Режимы работы хроматографической колонки указываются в строке Режим панели 4 рис. 187. Если запрошен Постоянный поток (по мере изменения температуры термостата) давление на колонке будет меняться ради сохранения линейной скорости потока газа через колонку постоянной. Когда запрошен режим Постоянное давление (при изменении температуры термостата) линейная скорость потока газа через колонку изменяется ради сохранения давления постоянным. Возможны (но редко используются, лишь в специальных случаях) запрограммированные изменения скорости потока через капиллярную колонку или давления на колонке.

2.2.5. Управление нагревом интерфейса (устройства сопряжения с масс-селективным детектором)

Температура этого интерфейса указывается на странице AUX изображения с другими параметрами работы газового хроматографа. См. приведенный ниже рисунок. Как правило, температура интерфейса остается неизменной. Но имеется возможность программировать изменение температуры. В этом случае, нажимают кнопку Градиентный, после чего на экране появляется таблица, аналогичная таблице запрограммированного изменения температуры термостата газового хроматографа. Эта таблица указана на приведенном ниже рисунке позицией 3.

При обычной работе (когда температура интерфейса должна оставаться неизменной), требуется, чтобы все указания были сделаны так, как показано в секторе, обозначенном позицией 2.

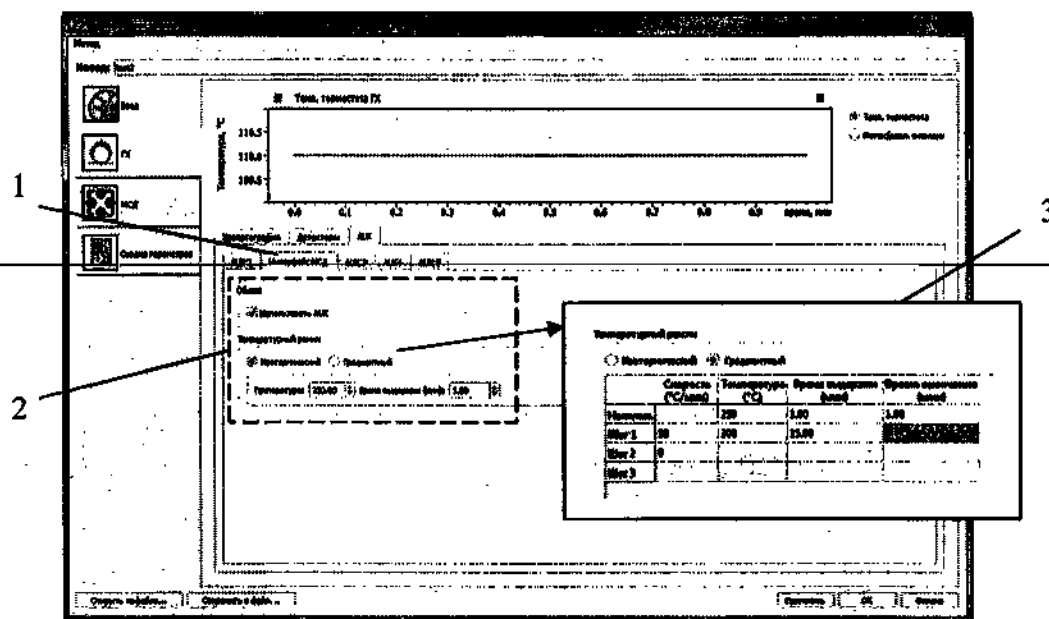


Рисунок 191 – Страница, управляющая нагревом интерфейса (устройством сопряжения с масс-селективным детектором)

2.2.6. Передача заданных методом параметров газовому хроматографу

Загруженный или отредактированный метод может быть заранее передан газовому хроматографу (т.е. еще до завершения редактирования или составления других частей метода [используемых для управления работой устройства для автоматического ввода жидких проб или для управления масс-селективным детектором]). Чтобы запросить такую передачу, нажмите клавишу, показанную позицией 1 на рис. 187. Можно поступить и иначе: нажать клавишу Применить в изображении, показываемом редактором метода (позиция 5 на рис. 287).

Предварительная передача метода газовому хроматографу позволяет экономить время ожидания

перехода газового хроматографа в состояние готовности.

2.3. Настройка параметров, соответствующих работе масс-селективного детектора

В выводимом на экран изображении, соответствующем работе масс-селективного детектора, имеется несколько страниц, вид которых зависит от выбранного (при создании метода) режима регистрации. Параметры, указанные на странице События эксперимента, являются общими для всех режимов регистрации (благодаря чему эта страница всегда используется и имеет неизменный вид).

Для предотвращения порчи нити накала в источнике ионов, включение катода (независимо от режима регистрации) всегда производится с задержкой на время выхода пика растворителя. Величина этой задержки (в секундах) записывается в поле 2 приведенного ниже рисунка. В большинстве случаев может использоваться значение 120 секунд, предполагаемое самой системой автоматически. Однако, если требуется регистрация пиков не с самого начала хроматограммы, может быть указана уместно увеличенная задержка.

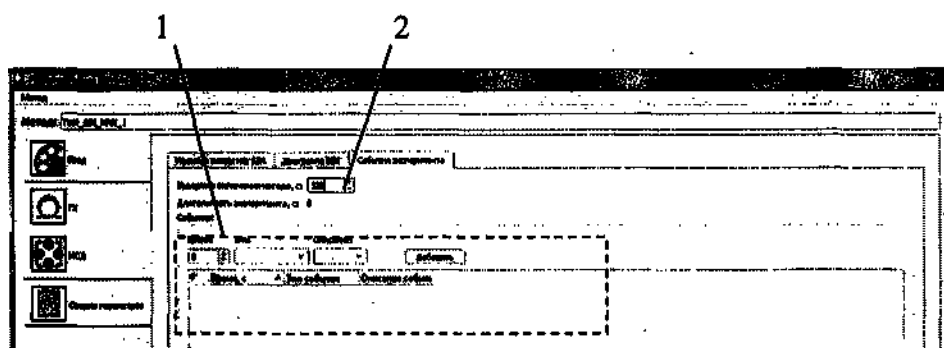


Рисунок 192 – Страница с заголовком События эксперимента

Дальнейшая настройка той части метода, которая касается работы масс-селективного детектора (МСД), производится в зависимости от выбранного режима регистрации.

2.3.1. Настройка на работу в режиме сканирования (Скан)

В этой ситуации, во время всего обслуживания хроматографической разгонки (или только в течение периода, во время которого требуется регистрация), масс-селективный детектор производит сканирование указанного диапазона масс (точнее, диапазона отношений массы к заряду $[m/z]$), границы которого необходимо указать на странице Режим СКАН (под заголовком Параметры сканирования) в полях "m/z, от" и "m/z, до". См. строку, обозначенную позицией 1 на рисунке, приведенном на следующей странице. Параметром Усреднение (позиция 2 на том же рисунке) задается число усредняемых спектрограмм, превращаемых (за счет усреднения) в одну масс-спектрограмму. Если используется узкий диапазон сканируемых масс (ширина которого менее 300 Дальтонов), значение параметра Усреднение должно быть таким, чтобы Частота сканов (позиция 4 на рисунке, приведенном на следующей странице) оказывалась не менее 5 - 15 спектрограмм в секунду.

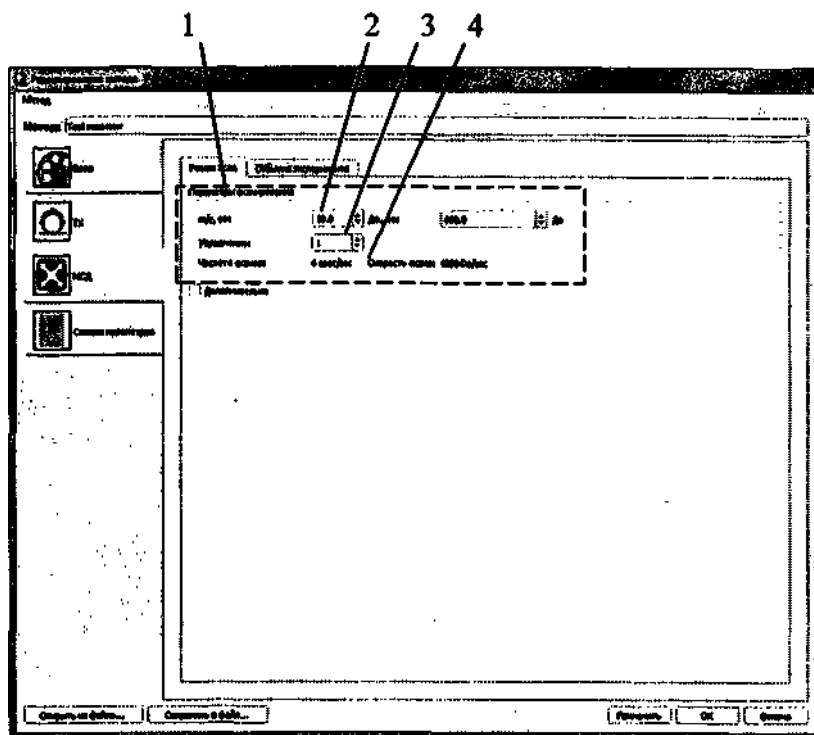


Рисунок 193 – Страница Параметры сканирования, заполняемая при составлении метода

2.3.2. Настройка на работу в режиме регистрации индивидуальных ионов (SIM)

Этот режим используется (в большинстве случаев) для чувствительного обнаружения только интересующих веществ и (практически всегда) для количественного анализа состава исследуемых проб. Поэтому, при настройке на такую регистрацию с помощью прикладной программы **Мастер-Оператор**, владельцу системы предлагается сразу указать перечень интересующих химических соединений со сведениями об анализируемых ионах и ожидаемыми временами выхода пиков на хроматограмме. Получив такие данные, прикладная программа **Мастер-Оператор** автоматически создает программу действий при регистрации, выбирая оптимальные значения параметра "задержка на период регистрации" (dwell-time) для каждого вещества с помощью алгоритма iDwellTime®.

Примечание: При желании, владелец системы может скорректировать значения, подобранные автоматически, или может задать все параметры вручную (т.е. исключив автоматический подбор параметров регистрации). Для этого, можно пропустить Этап 1 (см. текст далее) и перейти к Этапу 3 (на котором можно задать сегменты времени и анализируемые ионы вручную).

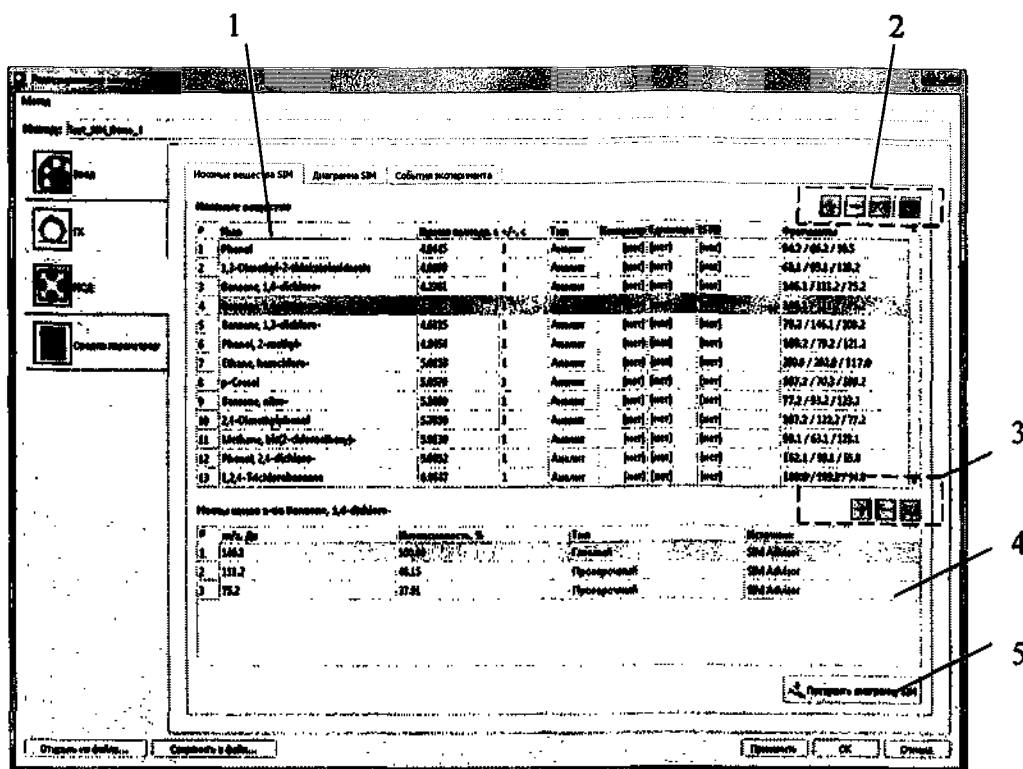


Рисунок 194 – Создание метода регистрации индивидуальных ионов (SIM) с таблицей интересующих веществ

Этап 1: На странице Искомые вещества требуется указать перечень интересующих химических соединений (область 1, редактируется с помощью клавиш, отмеченных на приведенном выше рисунке позицией 2). Для каждого из веществ необходимо записать название, ожидаемое время выхода пика, допуск на это время [в столбце +/-, с]; т.е. в секундах), список регистрируемых ионов (область 4, редактируется с помощью нажатия клавиш, отмеченных на приведенном выше рисунке позицией 3).

Примечание: столбцы Тип, Концентр (концентрация), Единицы (единицы измерения), ISTD (внутренний стандарт) заполняются для проведения количественного анализа (во всех других случаях могут быть оставлены без внесения данных).

Подсказка: таблицы, показываемые на экране прикладной программой Мастер-Оператор, предусматривают вызов на экран перечня уместных функций нажатием правой клавиши мыши (когда указатель помещен в такую таблицу). В таких перечнях указаны действия, используемые при редактировании таблиц. Например, при вызове перечня функций после помещения указателя в столбец (" +/-, с"), обнаруживается функция Применить... ко всем веществам. Она дает возможность избежать многократного введения одного и того же числа во все ячейки этого столбца.

В поле, обозначенном позицией 2 на приведенном выше рисунке, имеется клавиша, дающая возможность добавить интересующее химическое соединение из Библиотеки для режима SIM.

Библиотека для режима SIM - внедрена в программное обеспечение "Мастер. В ней хранятся записи для интересующих химических соединений (каждая запись снабжена оптимальным списком регистрируемых ионов). Владелец системы может самостоятельно редактировать содержимое этой библиотеки. Пользование Библиотекой для режима SIM (т.е. для режима регистрации индивидуальных ионов) значительно ускоряет процесс заполнения таблиц 1 и 4 (показанных на приведенном выше рисунке), и дает возможность (для часто интересующих веществ) всегда использовать стандартные наборы регистрируемых ионов.

Этап 2: Нажатием клавиши, отмеченной позицией 5 на рисунке 194, можно запросить

автоматическое создание программы регистрации индивидуальных ионов (SIM). При успешном создании, будет показана раскрытая страница с заголовком "Диаграмма SIM".

Этап 3: Проверка и (при необходимости, редактирование) созданной программы регистрации индивидуальных ионов (SIM).

Редактирование программы регистрации индивидуальных ионов (SIM)

Программа регистрации индивидуальных ионов (SIM) показывает распределение сегментов времени, каждым из которых предусмотрен анализ несколько ионов. Таблица сегментов времени и таблица контролируемых ионов обозначены на приведенном ниже рисунке позициями 5 и 7, соответственно. Диаграмма, отмеченная позицией 1, организует графический показ программы регистрации ионов с представлением ступенчато размещенных прямоугольных сегментов времени. Пунктирными вертикальными линиями обозначены ожидаемые времена выхода (указанных в таблице) интересующих веществ.

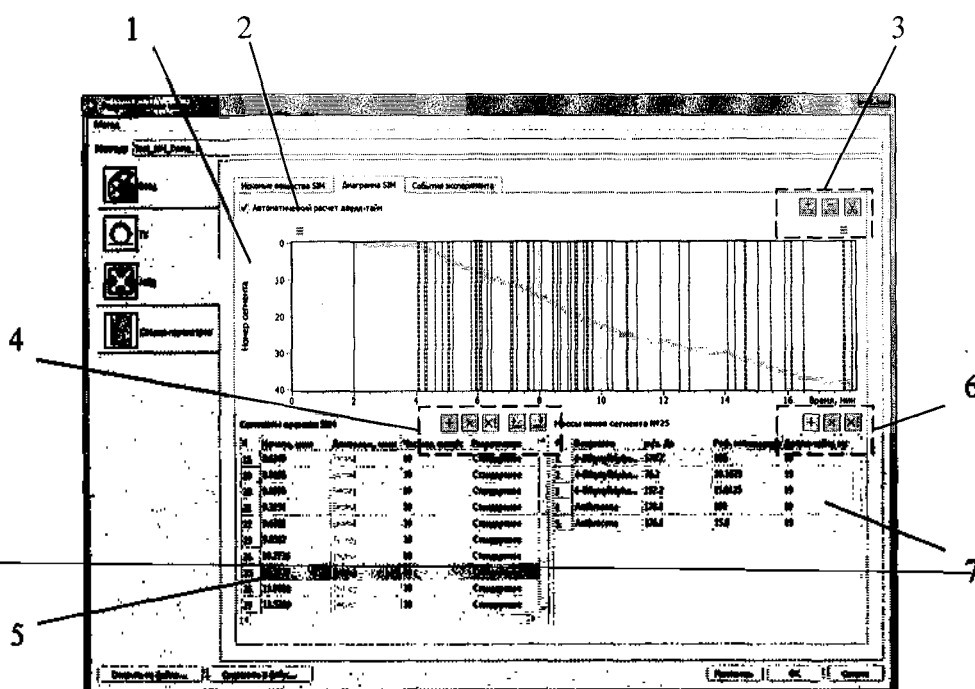


Рисунок 195 – Страница с заголовком Диаграмма SIM

Границы каждого сегмента выбраны для надежной регистрации пиков интересующих химических соединений, попадающих в указанный сегмент с учетом поля допуска на возможные отклонения от номинальных времен удерживания.

При автоматическом создании программы регистрации индивидуальных ионов, алгоритм iDwellTime® анализирует ожидаемые времена удерживания веществ и поля допуска (возможные отклонения), заданные владельцем системы. В результате такой оценки производится разделение на множество сегментов. При этом, ионы интересующих веществ, регистрируемых близко друг к другу, попадают в один и тот же сегмент времени.

Известно, что увеличение периода регистрации (dwell time) приводит к повышению чувствительности анализа. Ради повышения чувствительности, число попадающих в один сегмент ионов должно оказываться максимально малым. Поэтому при заполнении Таблицы интересующих химических соединений (на Этапе 1) рекомендуется задавать как максимально малую ширину поля допуска на ожидаемое время выхода пиков.

Добавление или удаление ионов вручную

Страница Диаграмма SIM дает возможность вручную добавлять, удалять или изменять не только отдельный (подлежащий регистрации) ион, но и сегменты времени. Для выполнения таких функций предназначены группы клавиш, обозначенные позициями 4 и 6 на рисунке 195. Клавиши обслуживают работу с соответствующими таблицами. Клавиши, обозначенные позицией 3 (на этом же рисунке), дают возможность добавлять регистрируемые ионы во множество сегментов (или исключать ионы из множества сегментов) и, кроме того, разделять сегмент на 2 части.

Важно: Пользуясь клавишей ■ для разделения сегмента на 2 части, следует помнить, что границы сегментов должны проходить как можно дальше от ожидаемых времен выхода пиков интересующих веществ. В противном случае, пик хроматограммы может оказаться зарегистрированным не полностью.

Примечание: Если выбрана функция Автоматический расчет dwell-тайм (обозначенная позицией 2 на рисунке, приведенном на предыдущей странице), при добавлении какого-то иона в сегмент времени (или удалении иона из сегмента времени) производится автоматический перерасчет периода регистрации (dwell time) всех попавших в сегмент ионов. Если функция Автоматический расчет dwell-тайм не выбрана, программа сохраняет введенные владельцем системы продолжительности периода регистрации (dwell time), компенсируя изменения в цикле измерений перерасчетом количества сканирований.

Указание продолжительности периода регистрации (dwell time) вручную

Автоматический алгоритм iDwellTime® вычисляет продолжительность периодов регистрации (dwell time), равномерно распределяя время цикла сканирования регистрируемых ионов в каждом сегменте.

Однако владелец системы может назначить период регистрации (dwell time) любого иона вручную (записать нужное значение в поле таблицы, обозначенной позицией 7 на рисунке 195. При этом, если выбрана функция Автоматический расчет dwell-тайм (отмеченная позицией 2 на этом же рисунке), периоды регистрации всех прочих ионов (dwell time) в этом сегменте будут пропорционально пересчитаны таким образом, чтобы общая продолжительность цикла сканирования осталась неизменной. Если функция Автоматический расчет dwell-тайм выбрана не была, программа компенсирует изменение общей продолжительности цикла сканирования изменением числа сканирований (что будет отображаться в столбце "Частота, скан/с" таблицы, обозначенной на упомянутом рисунке позицией 5).

Важно: Для правильной работы алгоритмов обработки данных нужно, чтобы количество сканирований за одну секунду не выходило за диапазон от 5 до 1. Значение 10, предполагаемое самой системой автоматически, гарантирует получение оптимального качества регистрации.

2.4. Создание последовательности подлежащих решению задач и управление процессом выполнения анализов

Создание последовательности подлежащих решению задач (с помощью прикладной программы Маэстро-Оператор) дает возможность автоматизировать проведение серий анализ с вызовом заданных методов, определяющих режимы работы газового хроматографа, устройства автоматического ввода на 16 жидких проб и масс-селективного детектора.

Примечание: Последовательности подлежащих решению задач хранятся в базе данных (БД). Владелец системы может создать несколько таких последовательностей (для разных типовых серий анализов) и загружать нужную, когда она требуется.

Последовательность подлежащих решению задач показывается в виде таблицы в главном окне, выводимом прикладной программой Маэстро-Оператор. См. рисунок, приведенный ниже. Таблица может располагаться слева от панели с графиками (диаграммами), либо под такой панелью.

Примечание: Вариант размещения последовательности подлежащих решению задач относительно графиков (диаграмм), выбирается из перечня, раскрываемого через слово Вид в главном окне, выводимом на экран прикладной программой "Маэстро-Оператор".

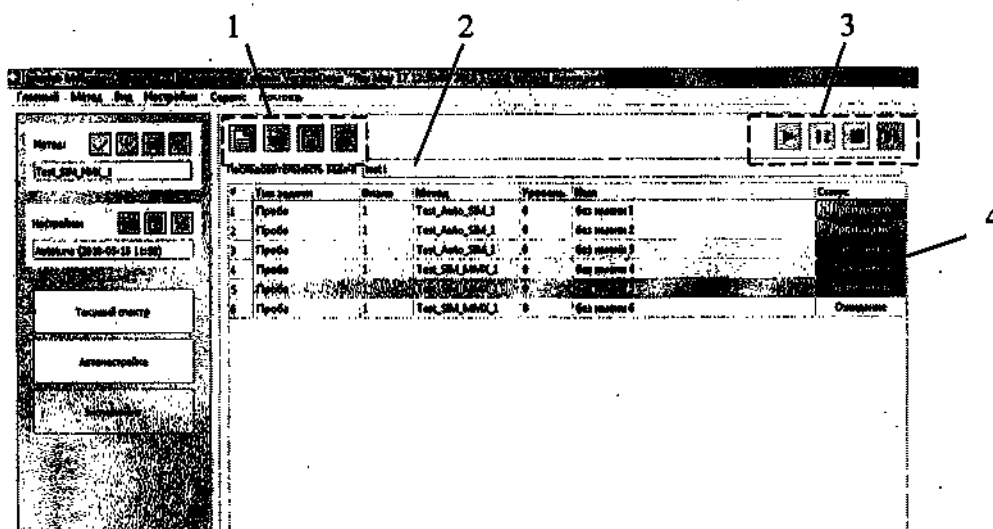


Рисунок 196 – Последовательность подлежащих решению задач, показанная в главном окне прикладной программы Маэстро-Оператор



Рисунок 197 – Клавиши, используемые применительно к последовательности подлежащих решению задач:

- 1 - создать новую последовательность;
- 2 - загрузить уже имеющуюся последовательность из базы данных (БД);
- 3 - сохранить изменения выбранной последовательности;
- 4 - открыть Редактор задач;
- 5 - приступить к выполнению выбранной последовательности;
- 6 - приостановить выполнение выбранной последовательности после завершении производимого анализа;
- 7 - немедленно прекратить выполняемый анализ;
- 8 - завершить выполнение выбранной последовательности (сбросить пометки решенных задач для возможности их повторного решения)

2.4.1. Создание последовательности подлежащих решению задач

Перед началом работы необходимо создать новую последовательность нажатием клавиши 1 (рисунок 197) и указать название, под которым последовательность подлежащих решению задач будет сохранена в базе данных (БД). После этого, нажатием клавиши 4 можно будет открыть окно Редактора задач (рисунок ниже). Это окно используется для составления последовательности.

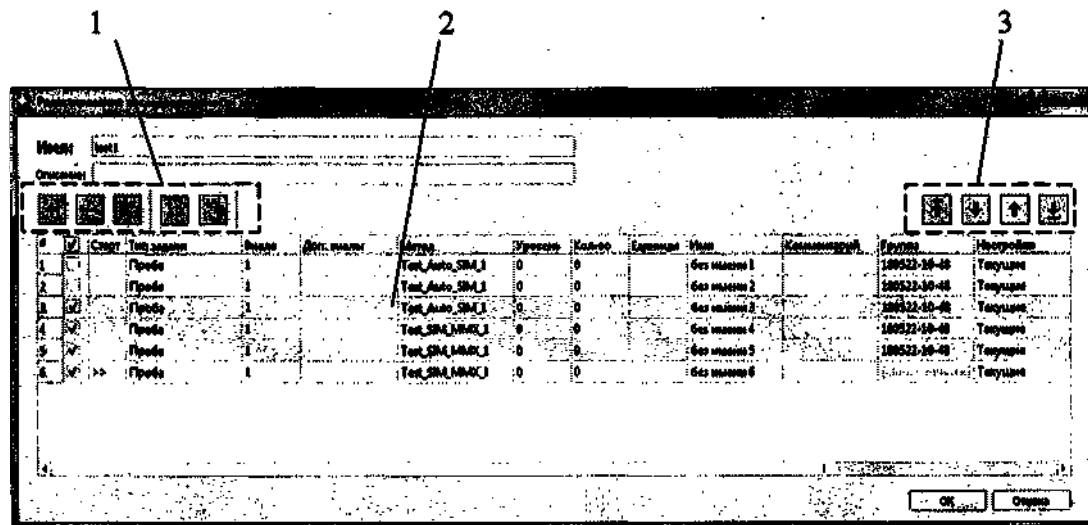


Рисунок 198 – Окно Редактора задач

Каждая задача представлена строкой в Таблице, обозначенной на рисунке позицией 2. Создание, удаление, вставка и перемещение задач осуществляется стандартными группами клавиш (позиции 1 и 3 на приведенном выше рисунке).

Таблица 2 отображает полный набор параметров каждой подлежащей решению задачи. Наиболее важными являются следующие столбцы:

"Видео" - указание гнезда под виалу в карусели устройства автоматического ввода на 16 жидких проб.

"Метод" - метод, подлежащий использованию при решении поставленной задачи. При записи новой задачи в это поле вписывается выбранный (на данный момент времени) метод.

"Имя" - название анализа (эксперимента), которое будет создано в базе данных (БД) в результате выполнения поставленной задачи.

"Группа" - название серии анализов (экспериментов), в которую будет внесен и запрошенный анализ (эксперимент). Для вновь созданной последовательности подлежащих решению задач предлагается вариант "автоматически", при котором название серии будет сформировано на основе даты и времени суток, соответствующих началу выполнения последовательности задач. Это дает возможность записывать информацию, полученную при выполнении всей серии анализов (т.е. при решении последовательности всех задач) под тем же самым (присвоенным серии) названием. Владелец системы может присвоить всей серии любое придуманное название или создать разные названия для разных серий задач.

☒ - галочкой подтверждается необходимость решения задачи. Если галочки нет, соответствующая задача (при выполнении всей заданной последовательности) будет пропущена.

"Старт" - пометка задачи, с решения которой начнется (либо продолжится) выполнение последовательности. Положение этой пометки владельцем системы не редактируется (определяется самой программой в зависимости от состояния задачи [пропущена, выполнена и т.д.]).

Прочие параметры используются в зависимости от решаемой задачи:

"Уровень", "Кол-во", "Единицы" - параметры для образцов калибровочных стандартов. Эти параметры указываются ради получения результатов калибровки, проведение которой предшествует количественному анализу.

"Тип задачи" - указание объекта, применительно к которому сформулирована задача. Если должен выполняться анализ исследуемых проб, в этот столбец вносится запись "Проба".

"Доп. вials" - этот столбец при работе с устройством автоматического ввода на 16 жидких проб не используется. Предназначен для работы с газовым хроматографом, оснащенным парофазным пробоотборником.

"Настройки" - указание настроек, подлежащих использованию при выполнении анализа (проведения эксперимента). В большинстве случаев, в этом столбце должна иметься запись "Текущие" (т.е. ссылка на те настроечные параметры, которые оказываются запрошенными в этот момент времени).

2.4.2. Управление выполнением последовательности подлежащих решению задач



1 2 3 4



5 6 7 8

Рисунок 199 – Клавиши, используемые применительно к последовательности подлежащих решению задач:

Команда перехода к выполнению подается нажатием клавиши , обозначенной позицией 5. Перед таким переходом, на экране (в режиме просмотра) появляется окно Редактора задач. Благодаря этому, владелец системы может еще раз проверить правильность указания параметров и, после этого, нажатием клавиши "Старт" в этом окне дать окончательную команду приступить к выполнению.

Команда остановить выполнение последовательности может быть подана двумя способами: для немедленного прекращения анализа (эксперимента) нажимают клавишу  (обозначенную позицией 7 на рисунке, приведенном выше); вторым способом является приостановка [после завершения выполняемого анализа (эксперимента)] нажатием клавиши  (обозначенной позицией 6).

В том и в другом случаях, последующее нажатие клавиши 5 приведет к продолжению выполнения последовательности подлежащих решению задач (начиная с последней [не решенной или до конца не решенной] задачи).

Последовательность подлежащих решению задач рассматривается, как план работ, выполняемый от начала до конца, с возможными пропусками или остановками. Поэтому задачи, имеющие статус "выполнено", могут быть запущены снова только после того как отработка всей последовательности дойдет до конца, либо владелец системы вручную подаст команду завершить выполнение выбранной последовательности (команду "сброс" пометок) нажатием клавиши  (обозначенной позицией 8 на приведенном выше рисунке).

2.5. Автоматическая настройка масс-селективного детектора

Автоматическая настройки масс-селективного детектора дает возможность сохранения эксплуатационных характеристик на требуемом уровне.

Органы управления автоматической настройкой переносятся в главное окно прикладной программы Мазэстро-Оператор нажатием клавиши Автонастройка (см. рисунок ниже).

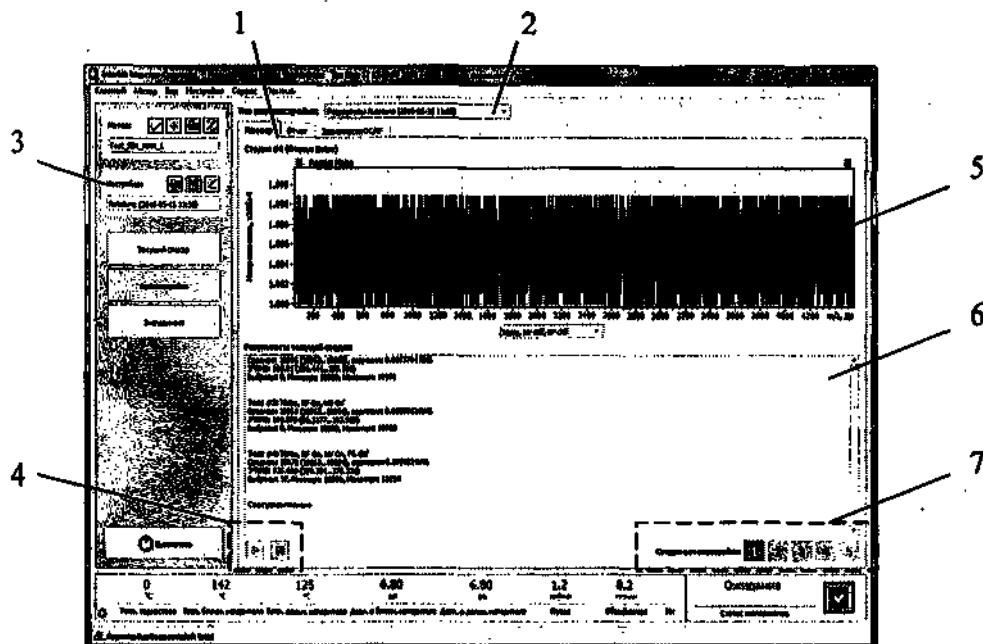


Рисунок 200 – Главное окно прикладной программы Мазэстро-Оператор в режиме автоматической настройки.

Существуют несколько сценариев автоматической настройки, созданных для получения оптимальных эксплуатационных характеристик при различных режимах эксплуатации масс-селективного детектора (МСД).

Сценарий автоматической настройки - последовательность действий, выполняемых масс-селективным детектором, для настройки рабочих параметров или для проверки характеристик масс-селективного детектора. Состоит из стадий (отдельных циклов подстройки), выполняемых последовательно (т.е. в определенном порядке). Переход от одного сценария к другому производится с помощью раскрываемого через стрелку перечня (обозначен позицией 2 на приведенном выше рисунке). В процессе настройки, номер выполняемой (на данный момент) стадии подсвечивается в группе клавиш-индикаторов (позиция 7 на показанном выше рисунке), а в поле страницы (позиция 1) показываются графические итоги настройки и сообщения о ходе выполнения конкретной стадии. После завершения настройки, результаты выполнения конкретных стадий могут быть просмотрены (благодаря нажатию клавиш-переключателей стадий (обозначенных позицией 7 на приведенном выше рисунке)).

Сценарий полной настройки ("Complete autotune") - предназначен для настройки параметров масс-селективного детектора в случаях, когда наблюдается значительное ухудшение качества сигнала либо ухудшение эксплуатационных характеристик. Кроме того, такая настройка производится после установки прибора.

Сценарий проверки ("Verification tune") - предназначен для быстрого проведения набора стандартных проверок эксплуатационных характеристик масс-селективного детектора. Реализация этого сценария не приводит к изменению рабочих параметров масс-селективного детектора.

Для перехода к автоматической настройке необходимо выбрать сценарий из раскрываемого через стрелку перечня (позиция 2 на приведенном выше рисунке), после чего нажать клавишу "Старт" (в группе клавиш, обозначенных позицией 4); придется дожидаться прохождения всех стадий сценария автоматической настройки.

Процесс автоматической настройки сопровождается показом графических зависимостей и контролируемых сигналов на панели, обозначенной позицией 5 (см. рисунок 200), а также выводом текстовых сообщений в поле 6. Реализуемый (на данный момент времени) сценарий указывается группой клавиш-индикаторов (позиция 7).

После завершения автоматической настройки, ее результат сохраняется в базе данных (БД) в виде перечня произведенных работ. Формируется отчет, который может быть просмотрен на странице "Отчет" (отмеченной позицией 1 на рисунке 200) и, при необходимости, преобразован в файл с форматом PDF.

Итог успешно проведенной настройки автоматически переносится на Панель выбранных настроек (позиция 3 на рисунке 200); используется при дальнейшей эксплуатации масс-селективного детектора.

3. Прикладная программа Маэстро-Аналитик

В главном окне прикладной программы Маэстро-Аналитик (см. приведенный ниже рисунок) имеются 4 рабочие зоны

- 1 - рабочий набор данных;
- 2 - панель графического представления данных и результатов их обработки;
- 3 - показ очереди задач обработки данных;
- 4 - страницы таблиц извлеченных спектров и хроматограмм.

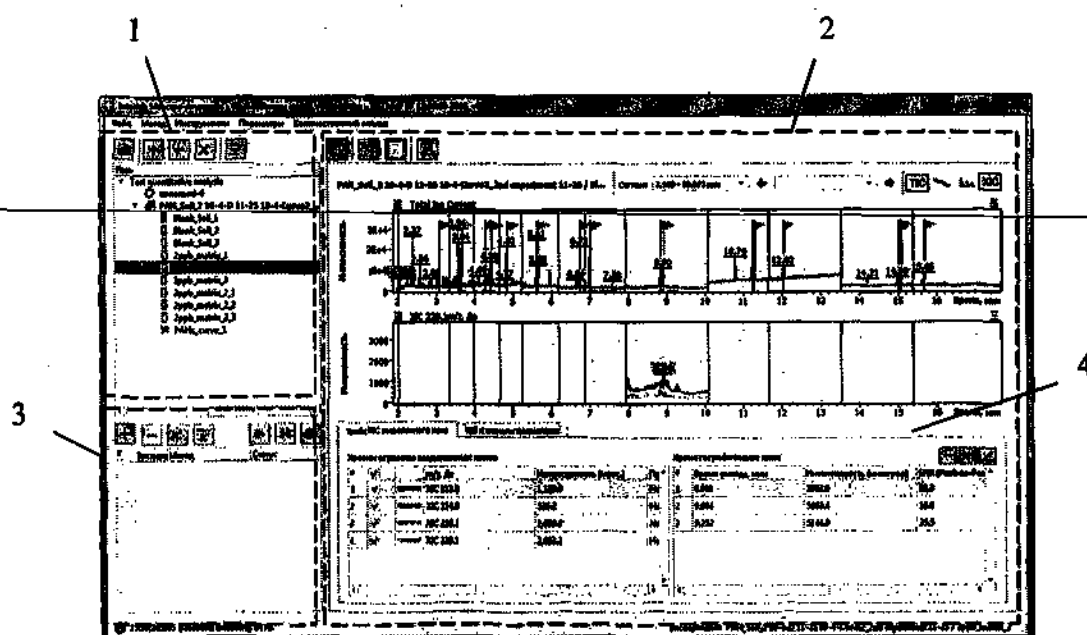


Рисунок 201 – Структура главного окна прикладной программы Маэстро-Аналитик

3.1. Цикл действий при работе с прикладной программой

Работа с программой сводится к выполнению цикла следующих действий:

- Владелец системы загружает результаты анализов (экспериментов), обработку которых нужно произвести, в виде рабочего набора данных (позиция 1 на приведенном выше рисунке; эти действия будут описаны далее).

- При выборе результата анализа (эксперимента) в дереве корневых заголовков, соответствующие данные показываются графически на панели 2 и отображаются в таблицах (обозначенных позицией 4). Клавиши, показанные на панели 2 и рядом с таблицами 4, дают возможность выполнить основные виды обработки данных: получить хроматограммы извлеченных ионов, проинтегрировать пики, получить суммарную спектрограмму, воспользоваться библиотечным поиском и т.д.

ПРИМЕЧАНИЕ: Здесь и далее (пока не сделано иных оговорок) указаны позиции, обозначенные на рисунке, приведенном на предыдущей странице.

- Владелец системы редактирует метод анализа, указывая параметры, нужные для обработки данных, и вид отчета.
- С помощью клавиш панели, обозначенной позицией 3, владелец системы формирует очередь задач обработки данных (с использованием созданного метода анализа) и запускает процесс автоматической обработки.
- После завершения обработки, владелец системы может (поочередно выбирая прошедшие обработку эксперименты), просмотреть графические представления результатов и отображения в таблицах панели 2. Кроме того, может просмотреть отчет, переключив панель 2 в режим отображения отчета.

3.2. Рабочий набор данных

В процессе работы с газовым хроматографом, оснащенный масс-селективным детектором и устройством автоматического ввода на 16 жидких проб, в базе данных (БД) программного обеспечения Мазэстро могут накапливаться большие объемы информации. Для удобства работы, владелец системы может выбрать из базы данных и загружать в прикладную программу Мазэстро-Аналитик только тот набор результатов (экспериментов), который необходим для решения аналитической задачи.

***Рабочий набор данных** - перечень результатов анализов (экспериментов) и прочих объектов данных (к которым относятся и метод, и итоги калибровок), загружаемых в прикладную программу Мазэстро-Аналитик для решения определенной задачи.*

Владелец системы может создавать разные рабочие наборы данных для разных задач, сохранять эти наборы в базе данных (БД). Обязательным компонентом рабочего набора данных является используемый при анализе метод.

***Используемый при анализе метод** - перечень параметров и описание режимов обработки данных анализа (эксперимента) в прикладной программе Мазэстро-Аналитик. Содержит все параметры, необходимые для работы алгоритмов, проведения качественного или количественного анализа, формирования отчета.*

При создании нового рабочего набора данных, автоматически создается новый метод (используемый при анализе), включаемый в этот набор. При необходимости, владелец системы может загрузить в рабочий набор данных другой метод, используемый для анализа, или импортировать настроечные параметры из этого метода в выбранный (на данный момент времени) метод.

***Важно:** рабочий набор данных содержит не копии, а ссылки на эксперименты, хранящиеся в БД. Несколько рабочих наборов данных могут включать один и тот же эксперимент, что необходимо учитывать при работе.*

Рекомендуется создавать разные рабочие наборы данных для разных задач (даже если эти наборы используются применительно к одним и тем же результатам [экспериментам]). Например, при количественном анализе, на этапе получения итогов калибровки, может быть создан рабочий набор данных, полученный на основе анализа различных концентраций калибровочных

стандартов. Затем, при выполнении количественного анализа проб, может быть использован другой рабочий набор данных, в который загружаются результаты калибровки и описание выполненных анализов (экспериментов).

3.2.1. Редактирование рабочего набора данных

С помощью клавиш, размещенных на панели рабочего набора данных (см. приведенный ниже рисунок), владелец системы может добавлять, исключать результаты анализов (эксперименты) и другие объекты данных.

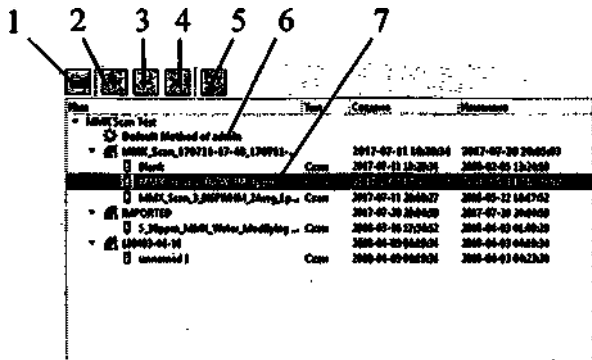


Рисунок 202 – Клавиши, средства редактирования и основные элементы:

- 1 - получение доступа к рабочему набору данных;
- 2 - добавить в рабочий набор результаты анализов (эксперименты) или другие объекты данных;
- 3 - исключить из рабочего набора результаты анализов (эксперименты) или другие объекты данных;
- 4 - стереть рабочий набор данных;
- 5 - перейти к редактированию выбранного (на данный момент времени) метода, используемого для анализа;
- 6 - узел выбранного (на данный момент) метода, используемого для анализа;
- 7 - узел (выбранного на данный момент) результата анализа (эксперимента)

3.2.2. Выбранный (на данный момент) результат анализа (эксперимент)

Результат анализа (эксперимент), выделенный в корневых заголовках рабочего набора данных, является *выбранным*. Данные (и результаты обработки), отображаемые на страницах панели 2 главного окна прикладной программы Маэстро-Аналитик (рис. 201), всегда принадлежат выбранному (на данный момент) результату анализа (эксперименту).

Примечание: Исключением является страница просмотра данных множества анализов (экспериментов), на которой одновременно могут показываться хроматограммы нескольких анализов (экспериментов).

3.2.3. Принцип работы с результатами анализа (эксперимента), выполняемой с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик

Результат анализа пробы (эксперимента с пробой), только что созданный прикладной программой Маэстро-Оператор, содержит (после загрузки в прикладную программу Маэстро-Аналитик):

- зарегистрированные данные;
- сопроводительные метаданные, указанные владельцем системы в методе (такие, как перечень интересующих веществ) и при формулировании последовательности подлежащих решению задач (например, калибровочный уровень, концентрация стандарта и т.д.)

Обработка результатов анализа владельцем системы с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик (например, выбор и интегрирование пиков хроматограммы, получение извлеченных спектров) приводит к появлению *итогов обработки*, которые сохраняются в базе данных (БД) в качестве части анализа (эксперимента).

***Важно:** Обработка (владельцем системы) результатов анализа (эксперимента) с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик никогда не приводят к изменению или удалению зарегистрированных данных. При этом, владелец системы всегда может удалить итоги обработки и вернуться к тем результатам анализа (эксперимента), которые не подвергались такой обработке.*

3.3. Два подхода к обработке данных: обработка вручную и автоматически

Прикладная программа Маэстро-Аналитик предусматривает использование двух подходов к обработке результатов анализа (эксперимента). Эти подходы взаимно дополняют друг друга:

Автоматическая обработка: выполнение очереди задач обработки данных (используется поле, обозначенное позицией 3 на рис. 201). Владелец системы указывает параметры, соответствующие обработке, в методе, используемом для анализа; составляет очередь из нескольких задач, после чего подает команду приступить к выполнению. После завершения обработки, в состав результатов (экспериментов), применительно к которым были выполнены поставленные задачи, будут входить итоги обработки и отчеты, готовые к распечатке (в частности, к выводу на печатающее устройство).

Данный подход удобен в случаях, если имеются подготовленный метод (используемый для анализа) и массив однотипных результатов анализов (экспериментов), которые необходимо обработать без участия самого владельца системы.

Режим обработки вручную: реализуется с помощью средств, доступ к которым осуществляется на страницах отображения данных эксперимента (панель 2, показанная на рис 201) и на страницах редактирования отчета. Данный режим дает возможность производить обработку непосредственно при просмотре данных, выполняя вручную такие операции, как получение выделенного спектра в зоне пика хроматограммы, библиотечного поиска (применительно к выделенному спектру), получение хроматограмм извлеченных ионов, выявление и интегрирование пика хроматограммы и т.д.

Пользуясь обработкой вручную, владелец системы может корректировать результаты ранее проведенной автоматической обработки. Например, можно уточнять положение начала и конца пиков хроматограммы (пиков, выявленных алгоритмом автоматической обработки) и удалить спектры, найденные при автоматической обработке, если они не представляют интереса.

***Примечание:** в целях защиты от подтасовки результатов анализа, факт обработки вручную фиксируется в метаданных и о проведенной такой обработке сообщается в подзаголовке отчета.*

Большинство операций, выполненных при обработке вручную, имеет более высокий приоритет (по сравнению с автоматической обработкой), поэтому результаты введенных вручную поправок не будут потеряны даже тогда, когда для анализа (эксперимента) первоначально использовалась

3.4. Страницы отображения данных эксперимента

Панель 2 (показанная на рис. 201) вмещает набор страниц, отображающих данные анализа (эксперимента) и результаты их обработки. Управление производится с помощью клавиш, показанных на приведенном ниже рисунке.

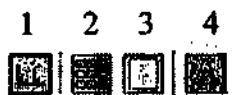


Рисунок 203 – Группа клавиш, управляющих отображением страниц данных анализа (эксперимента). Вызываемые клавишами страницы:

- 1 - страница графического отображения данных;
- 2 - страница редактора отчета;
- 3 - страница просмотра готового отчета;
- 4 - страница совмещенного отображения данных множества анализов (экспериментов)

В зависимости от наличия итогов обработки в результатах анализа (эксперимента), некоторые клавиши могут оказаться не действующими.

3.4.1. Страница графического отображения данных

На странице графического отображения данных размещаются масс-хроматограммы и масс-спектрограммы; ряд раскрываемых страниц с таблицами и результатами обработки данных. Вид представляемых сведений зависит от использованного способа регистрации: режим сканирования (Скан) или режим регистрации индивидуальных ионов (SIM).

В случае пользования режимом сканирования (Скан), на экране показываются хроматограмма, зарегистрированная по полному ионному току (позиция 1) и масс-спектрограмма (позиция 2). Здесь и далее (при отсутствии иных оговорок) называются лишь позиции, показанные на рисунке, приведенном на следующей странице).

В наборе раскрываемых страниц имеются средства, дающие возможность провести библиотечный поиск (для сопоставления с полученным [на данный момент] извлеченным спектром), заполнить таблицу извлеченных спектров, вывести на экран хроматограммы извлеченных ионов, отредактировать режим обнаружения и обработки пиков хроматограммы.

Выбранный (на данный момент) спектр - масс-спектрограмма (обозначенная позицией 2), Получена суммированием данных в границах зоны, указанной владельцем системы на хроматограмме, зарегистрированной по полному ионному току (эта зона обозначена позицией 5). Показанный спектр используется для изучения данных при обработке вручную; в базе данных (БД) не сохраняется. Если в компьютер владельца системы загружены библиотеки масс-спектров и (выбранным на данный момент времени) методом, используемым для анализа, запрошен библиотечный поиск, применительно к выбранному (на этот момент) спектру поиск производится автоматически [в фоновом режиме, с отображением результатов в таблице (обозначенной позицией 4) на странице Интерпретация спектра].

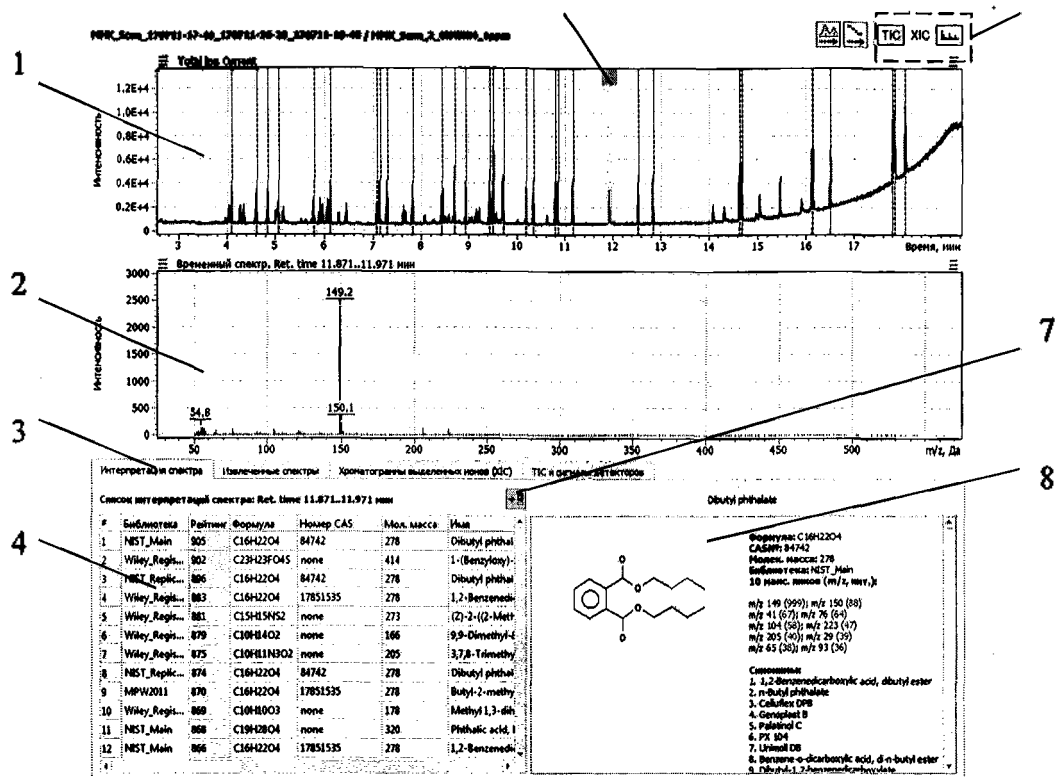


Рисунок 204 – Страница графического изображения данных, зарегистрированных в режиме сканирования (Скан):

- 1 - хроматограмма, зарегистрированная по полному ионному току;
- 2 - масс-спектрограмма;
- 3 - набор раскрываемых страниц с таблицами и результатами обработки данных;
- 4 - таблица результатов библиотечного поиска;
- 5 - выделенная зона, из которой была получен показанный (на данный момент) спектр;
- 6 - группа клавиш, управляющих получением графического представления на экране;
- 7 - клавиша для добавления показанного (на данный момент) спектра в таблицу извлеченных спектров;
- 8 - панель отображения данных, заимствованных из спектральной библиотеки

Таблица извлеченных спектров - находится на странице Извлеченные спектры. В таблицу добавляются масс-спектрограммы, извлеченные (с суммированием) из зон пиков хроматограммы либо вручную, либо автоматически. Таблица извлеченных спектров является частью итога обработки данных эксперимента и сохраняется в базе данных (БД). С учетом собранных в эту таблицу масс-спектрограмм, формируется отчет с сообщением результатов библиотечного поиска.

Таблица хроматограмм извлеченных ионов - находится на странице Хроматограммы выделенных ионов (XIC). В эту таблицу вносятся хроматограммы, извлекаемые из зарегистрированных в ходе анализа (эксперимента) данных. Так же как и таблица извлеченных спектров, таблица хроматограмм извлеченных ионов является частью итогов обработки данных эксперимента и сохраняется в базе данных (БД).

Таблица хроматограмм ТИС и сигналов детекторов - является частью итогов обработки данных. Показывается на странице "ТИС и сигналы детекторов".

ПРИМЕЧАНИЕ: Если газовый хроматограф не оснащен никакими другими детекторами (кроме масс-селективного), на этой странице в таблицу сведены лишь масс-хроматограммы, зарегистрированные по полному ионному току. Из-за отсутствия других детекторов, никаких других хроматограмм нет.

3.4.1.1. Работа с таблицей хроматограмм извлеченных ионов

Если результаты анализа (эксперимента) были получены в режиме сканирования (Скан), владелец системы может вызвать хроматограммы извлеченных ионов и собрать эти хроматограммы в таблицу (для просмотра и дальнейшего анализа).

Прикладной программой Мазстро-Аналитик предусмотрены несколько способов получения хроматограмм извлеченных ионов и внесения их в таблицу.

1. Нажатием клавиши  (из группы, обозначенной позицией 1 на приведенном ниже рисунке) вызвать на экран сектор Выбор диапазона, в котором указать границы диапазона масс для получаемой хроматограммы (с помощью позиций 6 и 7). Можно поступить и иначе: выбрать вариант "Несколько ионов", после чего указать номинальные массы интересующих ионов с назначением ширины поля допуска в таблице, обозначенной позицией 8 на приведенном ниже рисунке.

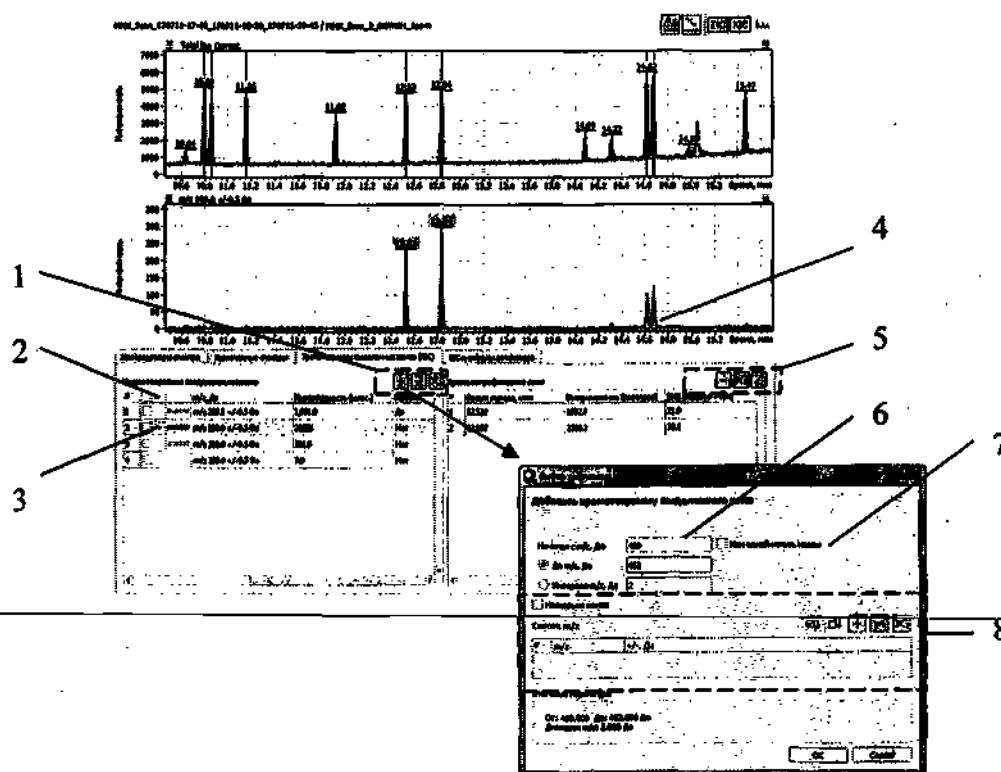


Рисунок 205 – Страница Хроматограмм выделенных ионов (ХИС).

2. Указанием ширины интересующей зоны на масс-спектрограмме (см. рисунок, приведенный на следующей странице) обозначить диапазон, для которого требуется получить хроматограмму. Из перечня функций, вызываемого нажатием правой клавиши мыши при помещении указателя в выбранную зону (см. тот же рисунок), выбрать вариант Добавить в таблицу.

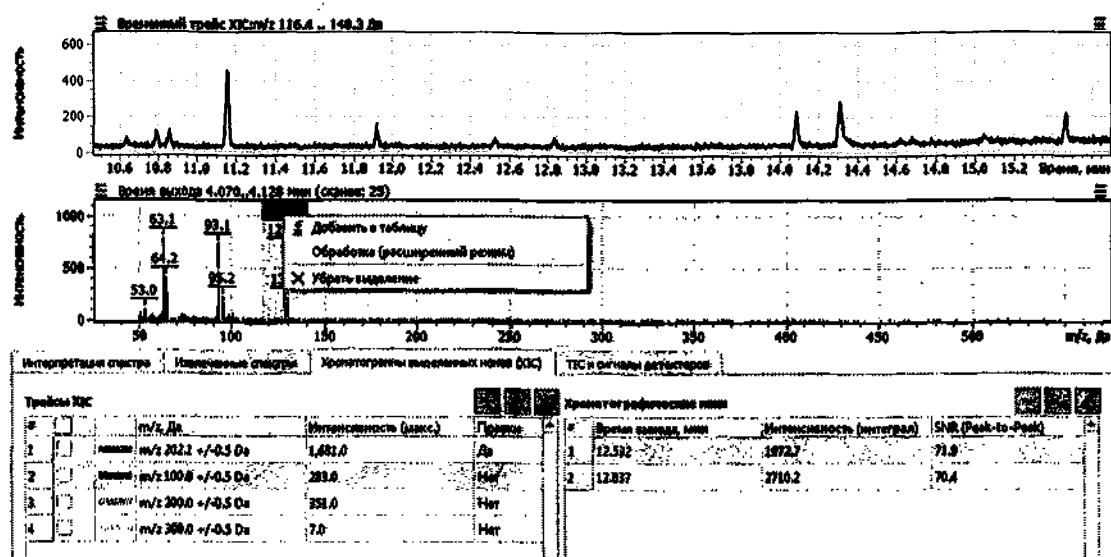


Рисунок 206 – Получение хроматограммы извлеченных ионов благодаря указанию интересующей зоны на масс-спектрограмме

3.4.1.2. Работа с таблицей извлеченных спектров

Регистрация результатов в режиме сканирования (Скан) дает получение множества спектров, попавших в зону пика хроматограммы.

Прикладная программа Маэстро-Аналитик дает возможность извлечь интересные спектры компонентов пробы и сохранить их в результатах анализа (эксперимента), в Таблице извлеченных спектров (см. позицию 1 на приведенном ниже рисунке). Требуется, чтобы интересные пики хроматограммы были проинтегрированы.

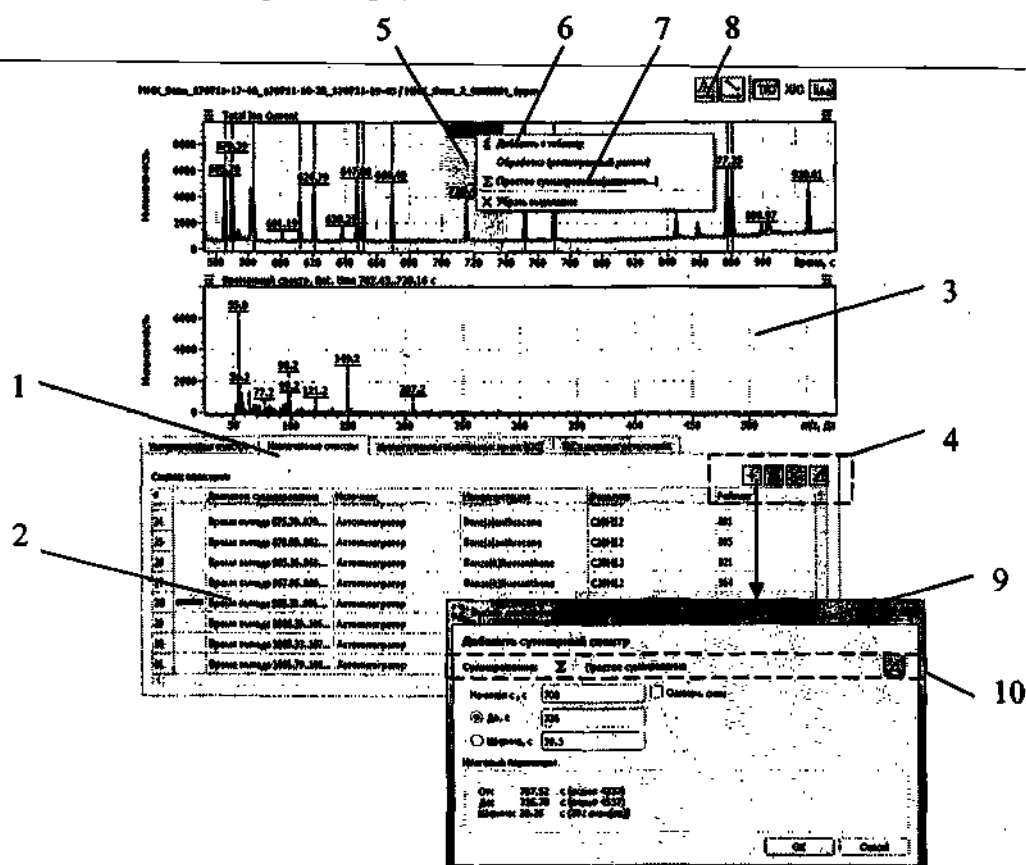


Рисунок 207 – Таблица извлеченных спектров и средства для ее редактирования

Добавление спектра вручную

Существует 2 способа получения извлеченного спектра при управлении работой вручную:

1. Указать интересующую зону на хроматограмме, зарегистрированной по полному ионному току (позиция 5 на рисунке, приведенном на предыдущей странице). Зона прочерчивается перемещением указателя вдоль оси времени при нажатой правой клавише мыши. Такое действие приводит к получению зарегистрированного (на данный момент времени) спектра. Из перечня функций, вызываемого нажатием правой клавиши мыши при установке указателя на прочерченную зону, выберите вариант **Добавить в таблицу**.

2. Нажатием клавиши  в группе клавиш, обозначенной позицией 4 (см. рисунок 207), вызывается на экран сектор, способствующий получению извлеченного спектра (обозначен позицией 9 на том же рисунке). С помощью этого сектора определяется ширина интегрируемой зоны хроматограммы и можно указать способ интегрирования. Нажатие клавиши **ОК**, показанной в этом секторе, приведет к показу спектра (соответствующего указанной зоне) и добавлению его в таблицу, обозначенную позицией 2.

Выбор способа интегрирования

Прикладной программой **Маэстро-Аналитик** (вариант 1.0) предусмотрены два способа интегрирования:

-  - простое интегрирование в указанной зоне (по шкале времени)
-  - интегрирование в указанной зоне (по шкале времени) с вычитанием химического фона, наблюдаемого на границах этой зоны

Выбор способа интегрирования производится из перечня функций, вызываемого на экран нажатием правой клавиши, когда указатель установлен на показанную зону. Из перечня выбирается вариант, обозначенный позицией 7 (см. рисунок, приведенный на предыдущей странице). Можно поступить и иначе: выбрать способ интегрирования в поле 10 сектора 9, способствующего получению извлеченного спектра (здесь указаны позиции, обозначенные на том же рисунке).

Программа запоминает выбранный способ интегрирования (он становится действующим и будет использован при выполнении дальнейших операций, связанных с получением извлеченного спектра). При этом, символическое обозначение действующего способа интегрирования показывается в левой части заголовка выбранной зоны.

Автоматическое интегрирование

Этот подход к интегрированию реализует автоматическую обработку данных анализа (эксперимента), проведенного в режиме сканирования (Скан). Помогает обнаружить пики на хроматограмме; получить извлеченный спектр для каждого из них (интегрирование производится с вычитанием химического фона).

***Примечание:** Автоматическому интегрированию не могут подвергаться хроматограммы, полученные в режиме регистрации индивидуальных ионов (SIM). Поэтому, при выборе результатов такого анализа (эксперимента), доступа к функции "автоинтегратор" и к соответствующей ей клавише нет.*

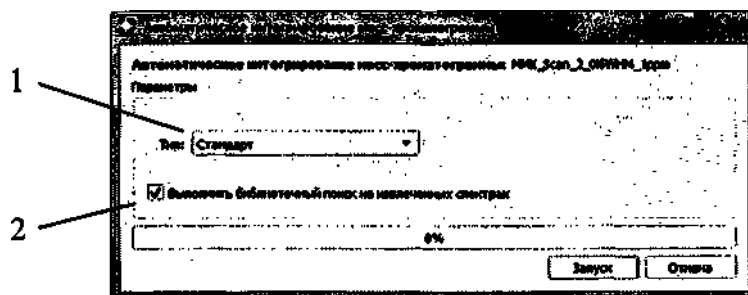


Рисунок 208 – Сектор, появляющийся на экране при вызове функции автоматического интегрирования

Запрос автоматического интегрирования при управлении вручную подается нажатием клавиши, обозначенной позицией 8 на рисунке 205, или выбором функции Автоинтегратор из перечня, раскрываемого через слово Инструменты в главном окне прикладной программы Маэстро-Аналитик.

В поле, указанном выше позицией 1, можно выбрать один из двух режимов работы:

- **стандартный** - обнаруживаются и интегрируются только большие пики хроматограммы (для которых высоко отношение сигнал/шум);
- **высокая чувствительность** - обнаруживаются и интегрируются только те пики хроматограммы, для которых отношение сигнал/шум оказывается попадающим в указанное поле допуска.

Процесс автоматического интегрирования может сразу сопровождаться библиотечным поиском (если проставлена галочка, подтверждающая выбор позиции 2 [см. рисунок, показанный выше]).

Автоматическое интегрирование может быть использовано и при обработке результатов анализов (экспериментов), поставленных в очередь задач. Для этой цели необходимо активировать вариант Выполнять в параметрах автоматического интегрирования раздела Обработка хроматограммы Редактора метода, используемого при анализе.

3.5. Редактирование метода, используемого при анализе

Метод, используемый при анализе, содержит всю совокупность параметров, необходимых для обработки результатов анализа (эксперимента) с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик (обработки вручную или в автоматическом режиме; кроме того, при проведения анализа и формирования отчета обработки результатов через Очередь задач).

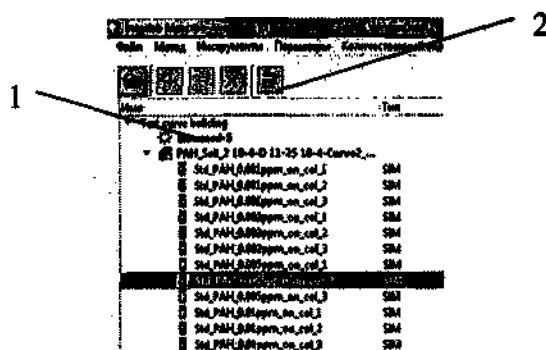


Рисунок 209 – Способы вызова Редактора метода, используемого при анализе: 1 - установкой указателя на Рабочий набор данных и последующим быстрым нажатием левой клавиши мыши дважды; 2 - нажатием клавиши

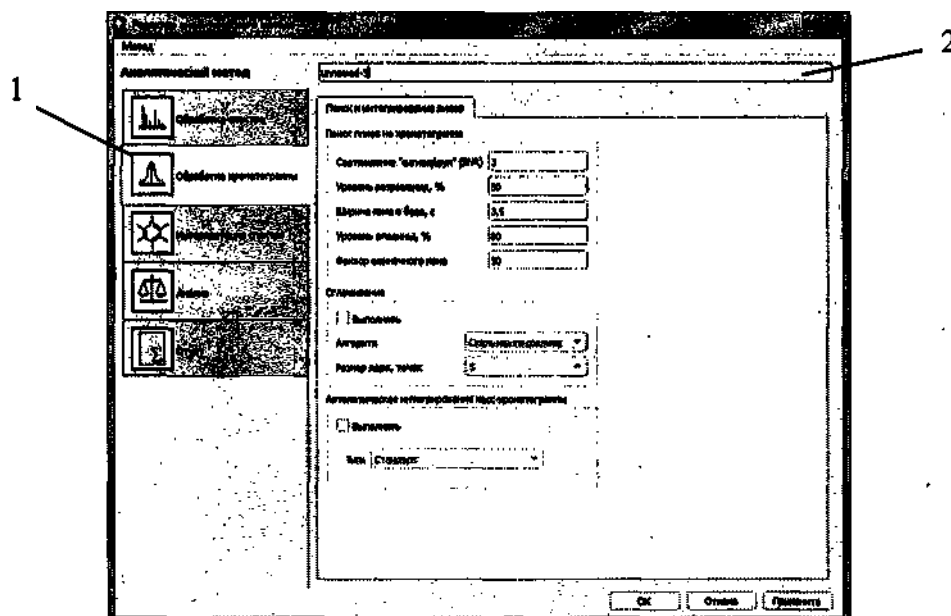


Рисунок 210 – Редактор метода, используемого при анализе

Редактируются индивидуальные разделы метода, используемый при анализе. Эти разделы показаны у левого края окна Редактора (см. рисунок, приведенный выше). Выбор интересующего раздела приводит к появлению соответствующей страницы.

Некоторыми разделами указываются специфические типы обработки, применяемые только в случае анализов (экспериментов) определенного типа. На страницах таких разделах имеется функция Выполнить, отказавшись от которой можно запретить выполнение данного типа обработки.

3.5.1. Разделы аналитического метода

Обработка спектра - параметры обнаружения спектральных линий в спектрах.

В большинстве случаев, эта страница не подлежит изменению (могут быть оставлены записи, предусматриваемые самой системой автоматически).

Обработка хроматограммы - параметры обнаружения пиков на хроматограмме и их автоматического интегрирования. Наиболее важными параметрами здесь являются:

"Ширина пика в базе, сек" - типичная ширина пика на уровне базовой линии. Рекомендуется задавать значение, отличающееся от фактической ширины пика, не более, чем в 2 раза.

Примечание: При значении этого параметра, сильно отличающемся от фактической ширины пика, могут наблюдаться ошибки обработки (например, пропуск очевидных пиков либо обнаружение ложных пиков из-за несовершенства записи).

"Соотношение сигнал/шум" - пороговое значение, ниже которого пик игнорируется, как излишне малый. Рекомендуемый диапазон значений: от 3 до 10.

Интерпретация спектра - параметры для библиотечного поиска.

Данный тип обработки используется только применительно к данным, зарегистрированным в режиме сканирования (Скан). В таблице, обозначенной позицией 2 (см. следующую страницу), владелец системы указывает подлежащие использованию библиотеки (из числа загруженных в систему).

Прикладной программой "Мастер-Аналитик" (вариант 1.0) предусмотрен стандартный набор алгоритмов библиотечного поиска в библиотеке NIST, «Информационно-поисковая система «АИПСИН АнтиНаркотики» параметры для которого указываются панелью 3 (см. рисунок

211).

Identity Search (поиск по подобию) - поиск множества химических соединений; для которых имеются библиотечные спектрограммы;

Similarity Search (поиск по родству) - поиск для опознания веществ, структура которых близка к характерной для библиотечных спектрограмм.

Режим "Impure" (при наличии фона) - особый режим поиска, применяемый к спектрограммам, характеризующихся большим уровнем химического фона.

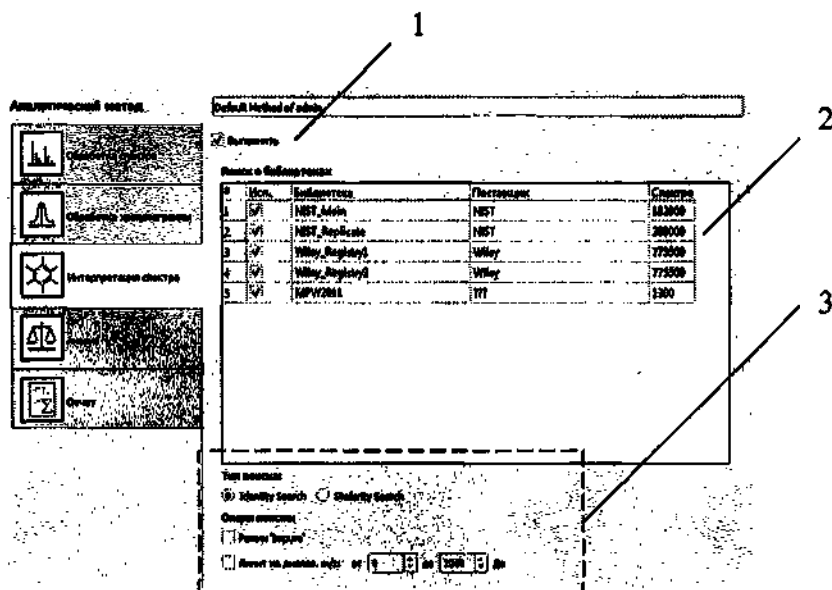
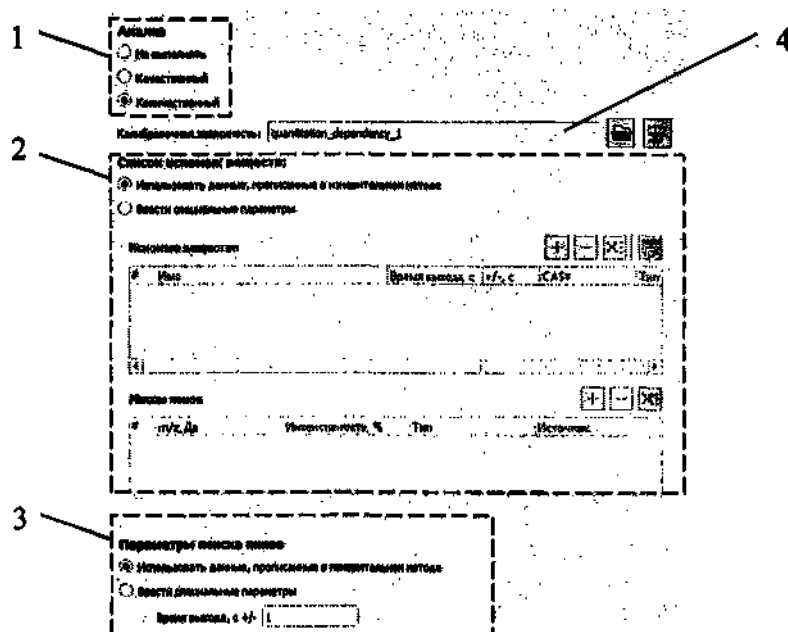


Рисунок 211 – Страница, вызываемая нажатием клавиши Интерпретация спектра

Анализ - параметры, используемые при проведении качественного и количественного анализов.

Для качественного и количественного анализа пользуются, как правило, результатами, зарегистрированными в режиме регистрации индивидуальных ионов (SIM). Возможна обработка задач, записанных в очередь.

Выбор вида анализа производится на панели, обозначенной (на приведенном ниже рисунке) позицией 1. Если запрашивается количественный анализ, необходимо наличие результатов калибровки, ссылка на которые приводится в поле 4.



Методика количественного и качественного анализа, реализованная программным обеспечением Маэстро, предполагает, что параметры интересующих веществ и внутренних стандартов (ISTD) [если такие стандарты используются] задаются на этапе создания метода регистрации прикладной программой Маэстро-Оператор (сохраняются в виде метаданных анализов [экспериментов], проводимых при пользовании этим методом).

Таким образом, при работе по данной методике, в панелях 2 и 3 (рисунок 212) следует оставить вариант "Использовать данные, прописанные в измерительном методе".

Прочие варианты указаний, используемых в панелях 2 и 3, дают возможность задать специальные параметры, которые будут использованы вместо значений, доступных из в метаданных анализов (экспериментов).

Отчет - выбор шаблона отчета и редактирование его параметров

Страница настройки отчета (см. приведенный ниже рисунок) дает возможность задать вид бланка отчета и параметры его разделов согласно типу анализа и необходимым степеням детализации. Воспользовавшись панелью 2 появляющейся страницы, владелец системы может выбрать один из стандартных шаблонов, который будет упомянут, в перечне и на панели 3.

Шаблон отчета - перечень частей в порядке их следования в документе.

При выделении конкретной части отчета на панели 3, определяющие эту часть параметры показываются панелью 4 и могут быть отредактированы владельцем системы.

При необходимости редактирования перечней частей отчета, владелец системы может вызвать (проставлением галочки) функцию 5, после чего добавить или удалить конкретные части отчета с помощью функций, имеющихся в перечне 6.

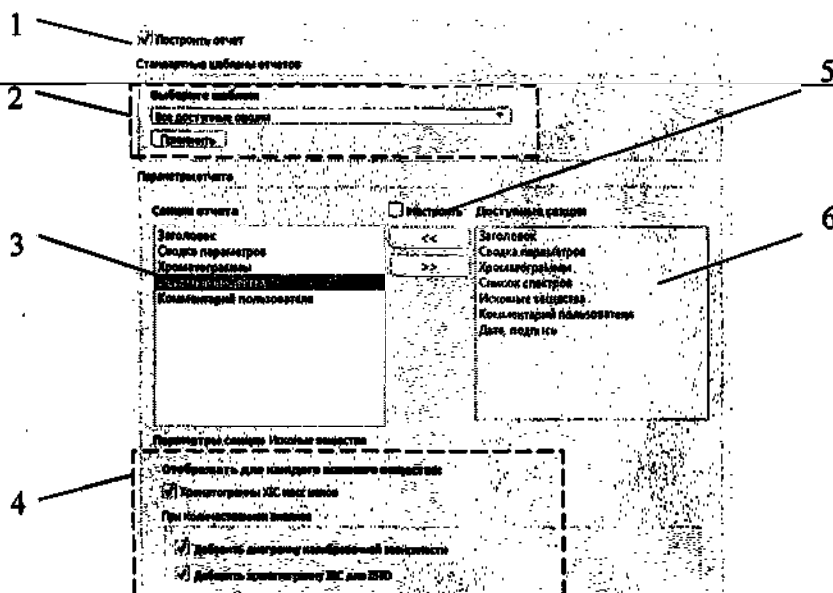


Рисунок 213 – Страница, определяющая вид отчета

3.6. Количественный анализ

3.6.1. Получение результатов калибровки для количественного анализа

Подготовка данных

Результаты калибровки для количественного получают по итогам разделения одного или нескольких стандартов (образцов с несколькими концентрациями) при пользовании одним и тем же методом, определяющим режим работы прибора и способ регистрации данных.

Здесь необходимо напомнить, что программным обеспечением Маэстро используются два метода:

- а. Метод регистрации, определяющий режим работы прибора и способ регистрации данных (в некоторых выводимых на экран изображениях этот метод назван инструментальным).
- б. Метод, используемый при анализе (т.е. при обработке данных). В некоторых выводимых на экран изображениях этот метод назван аналитическим.

В данном случае, речь идет о методе регистрации.

Процесс подготовки данных состоит из следующих этапов:

1. Создается метод регистрации индивидуальных ионов (SIM) [с помощью прикладной программы Маэстро-Оператор или с помощью прикладной программы Маэстро-Аналитик] с прописанным перечнем интересующих веществ и внутренних стандартов (если внутренние стандарты используются).
2. Подготавливается набор виал с образцами стандартов в различных концентрациях. Все эти виалы помещаются в соответствующие гнезда карусели устройства автоматического ввода на 16 жидких проб.
3. С помощью прикладной программы Маэстро-Оператор задается последовательность подлежащих решению задач, предусматривающая последовательное введение образцов из всех виал. При этом в столбцы Уровень, Количество, Единицы (см. рис. 198) прописываются, (соответственно) порядковый номер уровня концентрации, концентрация и единицы измерения количества. Эти сведения необходимы для автоматического заполнения таблиц Диалога построения калибровочных результатов (см. текст, приводимый далее).

Примечание: для получения более точных результатов калибровки рекомендуется проводить хроматографический анализ каждого уровня концентрации (из каждой виалы) несколько раз (т.е. записывая в последовательность задач многократные вводы образцов с правильным указанием того же самого уровня калибровки и одной и той же концентрации). Полученные данные будут статистически пересчитаны при получении результатов калибровки.

4. Запросить выполнение последовательности задач. Результаты анализа калибровочных стандартов будут записаны (в качестве итогов экспериментов) в базу данных (БД). Последующая обработка этих итогов выполняется с помощью прикладной программы "Маэстро-Аналитик".
5. Полученные данные загружаются в рабочий набор, подлежащий обработке прикладной программой Маэстро-Аналитик.

Важно: Для получения результатов калибровки, рекомендуется создать отдельный рабочий набор данных, в который будут помещаться только итоги анализа калибровочных образцов. В методе, используемом для анализа данных из этого рабочего набора, следует запретить все виды обработки (анализ, формирование отчета, библиотечный поиск).

6. Загруженные данные будут обрабатываться (согласно Очереди задач) с целью обнаружения пиков на хроматограммах.

Просмотр и редактирование метаданных

При формировании результатов калибровки, важную роль играют метаданные (в частности, таблица интересующих веществ, уровень концентрации стандарта, значение и размерность количества). Проверить состояние метаданных можно после вызова окна редактора метаданных командой Просмотр/редакт. метаданных... Для этого, установите указатель в область корневых заголовков (см. рисунок, приведенный на следующей странице), после чего нажмите правую клавишу мыши. Выберите функцию Просмотр/редакт. метаданных... из появившегося перечня.

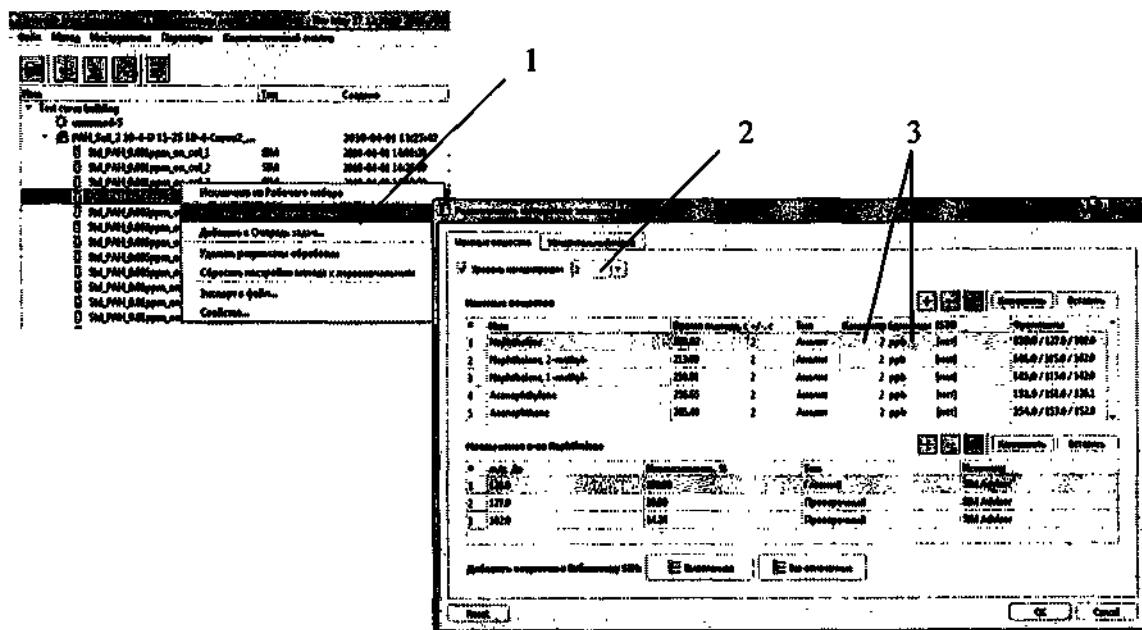


Рисунок 214 – Окно Редактора метаданных.

Информация, показываемая в поле 2, свидетельствует, что данные соответствуют одному из уровней концентрации калибровочного стандарта и, таким образом, предназначены для получения калибровочного графика. Указанный уровень был задан владельцем системы при составлении последовательности подлежащих решению задач с помощью прикладной программы Маэстро-Оператор (см. описание этапа 3 на предыдущей странице и рис. 198). Если, при выполнении запланированных хроматографических анализов, владелец системы не указал значение уровня, он может сделать это с помощью показанного выше окна Редактора [т.е. уже после завершения регистрации].

Так же можно поступить и при указании величин концентрации стандартов и единиц измерений (позиция 3 на приведенном выше рисунке).

Окно, используемое для получения калибровочных результатов

После выполнения этапов 1-6, можно переходить к построению калибровочного графика (получению результатов калибровки). Для этого следует вызвать соответствующую страницу (соответствующее окно) [см. рисунок, приведенный на следующей странице] выбором функции Построение калибровочной зависимости из перечня, раскрываемого через слова Количественный анализ в главном изображении, выводимом на экран прикладной программой Маэстро-Аналитик.

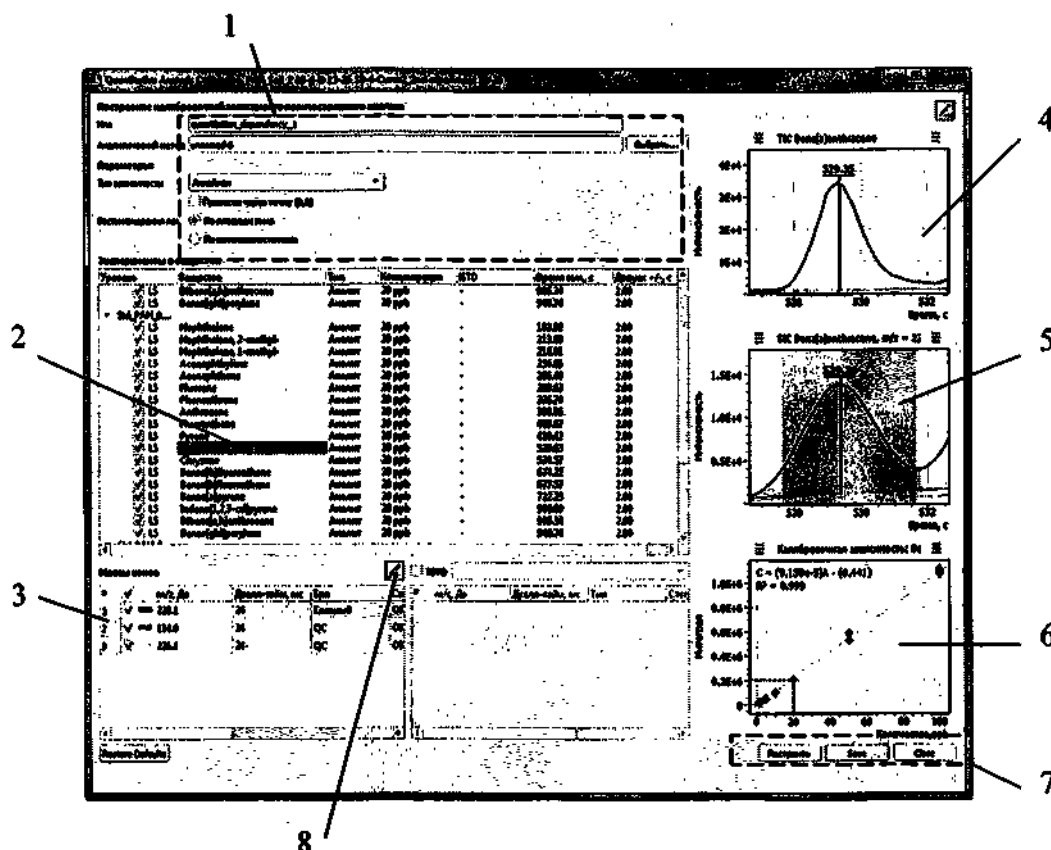


Рисунок 215 – Окно, используемое для построения калибровочного графика и получения калибровочных результатов

При вызове показанного здесь окна, программа находит в рабочем наборе данных результаты, помеченные значением уровня концентрации калибровочного стандарта. На основании метаданных анализов (экспериментов), заполняется таблица, обозначенная позицией 2.

Эта таблица (позиция 2) иллюстрирует последовательность выполненных анализов (экспериментов). Каждому из анализов (экспериментов) соответствует таблица интересующих веществ.

При выделении строки в поле, обозначенном позицией 2, остальные участки обсуждаемого здесь окна показывают сведения, относящиеся к выделенному веществу в выбранном результате хроматографического анализа. Выделяя поочередно вещества в поле, обозначенном позицией 2, владелец системы может просмотреть пики его ионов в полях, обозначенных позициями 4 и 5.

Для получения калибровочных результатов, соответствующих интересующим веществам, необходимо:

1. Присвоить название создаваемому калибровочному результату; указать и другие параметры, соответствующие получению калибровочного графика, в поле, обозначенном позицией 1 на приведенном выше рисунке.
2. Нажать клавишу Построить в зоне, обозначенной позицией 7, для подачи команды приступить к автоматическому формированию калибровочных результатов.
3. После завершения этого процесса, проанализировать сообщения и предупреждения, появившиеся в окне Отчета о получении калибровочных результатов (см. рисунок, приведенный на следующей странице).
4. Затем, закрыть окно Отчета о получении калибровочных результатов нажатием клавиши ОК (см. рисунок, приведенный на следующей странице) и записать полученные результаты в базу данных (БД), для чего потребуется нажатии клавиши "Сохранить" в группе, обозначенной на приведенном выше рисунке позицией 7.

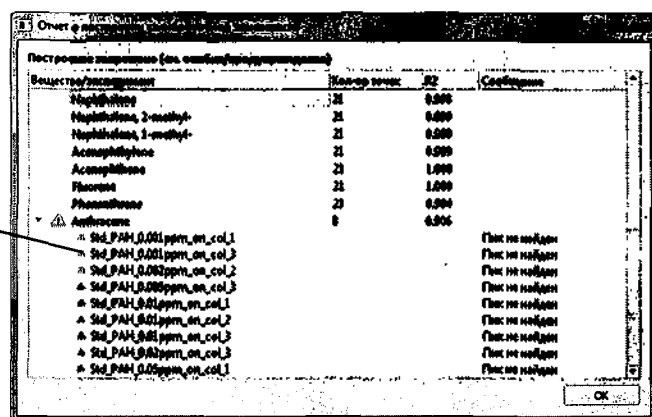


Рисунок 216 – Окно отчета о получении калибровочных результатов

После того, как Окно отчета о получении калибровочных результатов закрывают нажатием клавиши ОК, калибровочные графики показываются в зоне, отмеченной позицией 6 на рисунке, приведенном на предыдущей странице. Качество калибровочных графиков можно проконтролировать визуально и по величине коэффициента корреляции (R^2), указываемой над калибровочным графиком. Величины, начинаемые с уровня 0,95, свидетельствуют о высоком качестве (пригодности) полученных калибровочных графиков.

Важные замечания

При формировании результатов калибровки, программа производит автоматический поиск пиков на зарегистрированных хроматограммах. Поиск выполняется по ожидаемым временам удерживания (которые были заданы в таблице интересующих веществ) и с учетом поля допуска на эти времена.

В некоторых случаях, пик не попадает в заданное поле допуска, о чем программа сообщает в окне отчета о получении калибровочных результатов (см. пример, отмеченный позицией 1 на приведенном выше рисунке). В таких случаях, рекомендуется предпринять следующие действия:

- расширить поле допуска, увеличив значение в поле Допуск таблицы, отмеченной позицией 2 на рисунке, показанном на предыдущей странице (в строке соответствующего вещества);

Примечание: При установке указателя на таблицу, обозначенную позицией 2, и нажатии правой клавиши мыши, на экране появляется перечень, в котором имеются функции для быстрого редактирования столбца таблицы (такие как Применить значение ... ко всем веществам и Применить значение ... ко всем уровням вещества)..

- исключить из построения результат анализа (эксперимента), на котором отмечена такая ошибка (для этого нужно лишь удалить галочку из столбца Уровень);
- если пик оказался не учтенным (не найденным) из-за искажения его формы, (что обнаруживается при просмотре хроматограммы извлеченного иона [позиция 5 на рисунке, приведенном на предыдущей странице]), можно отредактировать положение и границы пика вручную (вызвав окно Редактора пиков хроматограммы нажатием клавиши, обозначенной позицией 8 на том же рисунке).

После выполнения какого-либо из вышеперечисленных действий, следует повторно запросить получение калибровочных результатов нажатием клавиши Построить (в группе клавиш, обозначенных позицией 7 на рисунке 215).

Наличие ошибок и предупреждений в окне отчета о получении калибровочных результатов не является препятствием к их использованию. Однако (в таких случаях) важно визуально оценить качество калибровочного графика для каждого из интересующих веществ.

3.6.2. Использование результатов калибровки

Для проведения количественного анализа, проба (содержание интересующих веществ в которой не известно) подвергается анализу при работе масс-селективного детектора в режиме регистрации индивидуальных ионов (SIM). Используется тот же метод регистрации, который способствовал получению калибровочных результатов.

Этим методом должна быть предусмотрена регистрация тех же ионов. Условия хроматографического разделения должны способствовать обнаружению пиков выхода веществ в тех же зонах, в которых были зарегистрированы пики калибровочных стандартов.

Основные действия, необходимые для выполнения количественного анализа:

1. Массив анализов исследуемых проб (массив экспериментов) загружается в рабочий набор данных прикладной программы Маэстро-Аналитик. Чтобы обеспечить такую загрузку, нажмите клавишу, обозначенную позицией 2 на рис. 202. В этот же рабочий набор следует поместить сохраненные в базе данных (БД) результаты предварительно выполненной калибровки. Вызов калибровочных данных из БД производится подобным же образом, но с выбором варианта Зависимости ради обеспечения предварительной сортировки (см. позицию 1 на приведенном ниже рисунке).

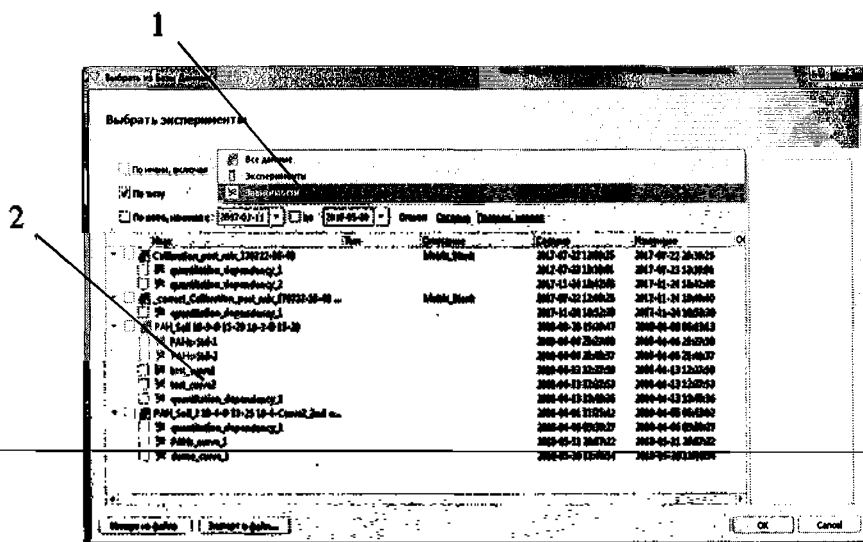


Рисунок 217 – Выбор результатов калибровки из базы данных (БД)

2. В разделе Анализ метода, используемого для анализа, выбирают вариант Количественный (см. позицию 1, рисунка, приведенного на следующей странице). Там же, в поле Калибровочная зависимость указывают название, присвоенное результатам калибровки, с помощью которых должен производиться анализ количественного интересующих веществ в исследуемых пробах.

Примечание: Владелец системы может выбрать результаты калибровки через сектор, раскрываемый нажатием клавиши, обозначенной позицией 3 на рисунке, показанном на следующей странице. Таким образом, может быть обеспечен вызов как из рабочего набора данных, так и из базы данных (БД).

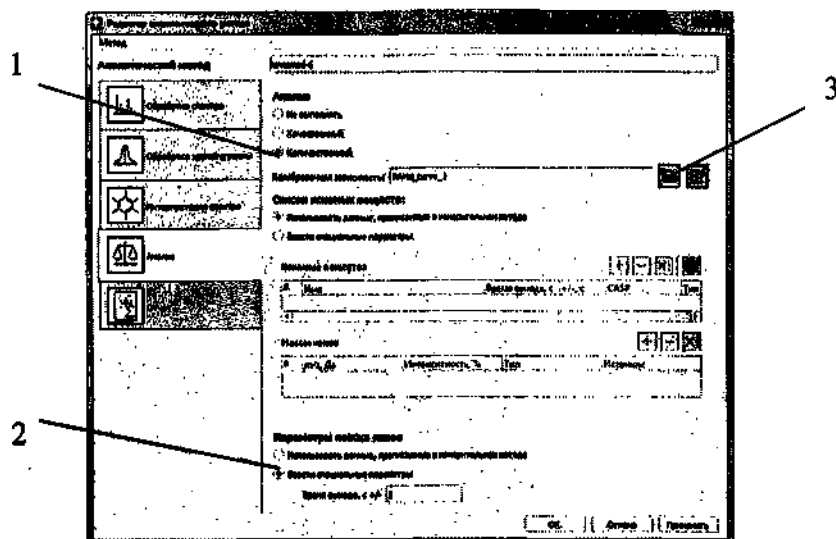


Рисунок 218 – Указание параметров, соответствующих количественному анализу, с помощью Задание изображения редактора метода

Времена выхода пиков интересующих соединений и данные о полях допуска на время удерживания будут взяты из метаданных, соответствующих анализам (экспериментам). Для поиска пика используются указания времени выхода интересующих веществ и указания полей допуска на эти времена. При необходимости, величина поля допуска может быть задана так, как показано позицией 2 на приведенном выше рисунке.

3. Нажатием клавиши Отчет (см. приведенный выше рисунок) обеспечивается переход к настройке шаблона отчета. Прикладной программой Мастер-Оператор (вариант 1.0) предусмотрено пользование готовым шаблоном "Количественный или Качественный" анализ, содержащим следующие подразделы:

Заголовок - текстовый заголовок с логотипом организации владельца системы;

Сводка параметров - краткий перечень параметров, фиксирующих дату и время проведения анализа, фамилию оператора и места сохранения информации в базе данных (БД);

Хромотограммы - хромотограммы, зарегистрированные по полному ионному току;

Интересующие вещества - основная часть отчета - подборка вставок с результатами количественного анализа искомых веществ;

Комментарий владельца системы - текстовые пояснения

Чтобы воспользоваться шаблоном, вид которого указан позицией 2 на рис. 213, необходимо нажать клавишу Применить (см. рисунок, показанный выше). То, что должно входить в отчет, указывается зоной, обозначенной позицией 4 рисунка 213. Этой зоной определяется то, что выбрано с помощью зоны 3 (того же рисунка). Фактическое содержание отчета может быть изменено владельцем системы.

4. В очередь подлежащих решению задач добавляется обработка результатов анализов (экспериментов) с применением конкретного метода, используемого для анализа. См. позицию 1, обозначенную на показанном ниже рисунке. Запрос выполнения задач (указанных в очереди) подается нажатием клавиши, указанной на приведенном ниже рисунке позицией 2. Состояние процесса обработки указывается в зоне 3. При наличии ошибок и предупреждений, текст с их описанием можно вывести в поясняющее сообщение (для чего следует просто установить перемещаемый мышью указатель на показанную ниже зону).

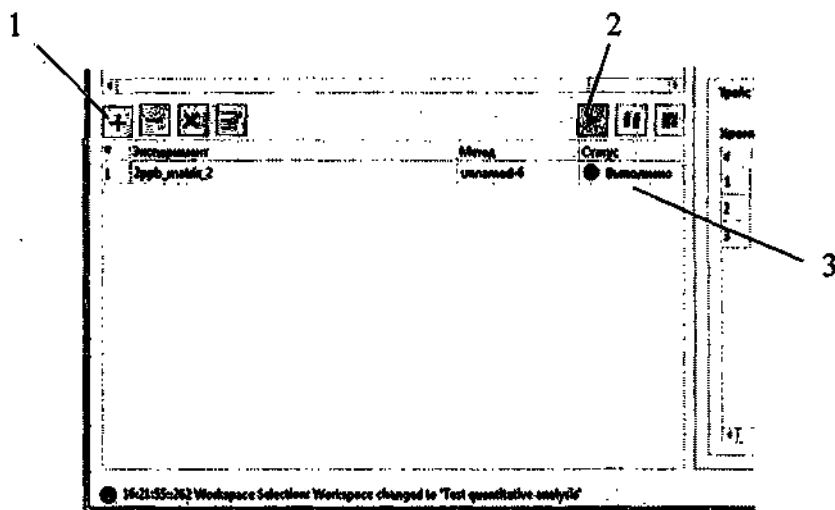


Рисунок 219 – Вид очереди подлежащих решению задач в главном окне прикладной программы Мастер-Аналитик

5. Отчет, сформированный в результате обработки, доступен для просмотра и редактирования через главное окно. Для этого, нажимают клавишу, обозначенную позицией 1 на приведенном ниже рисунке. Такое действие вызывает на экран страницу Редактора отчета.

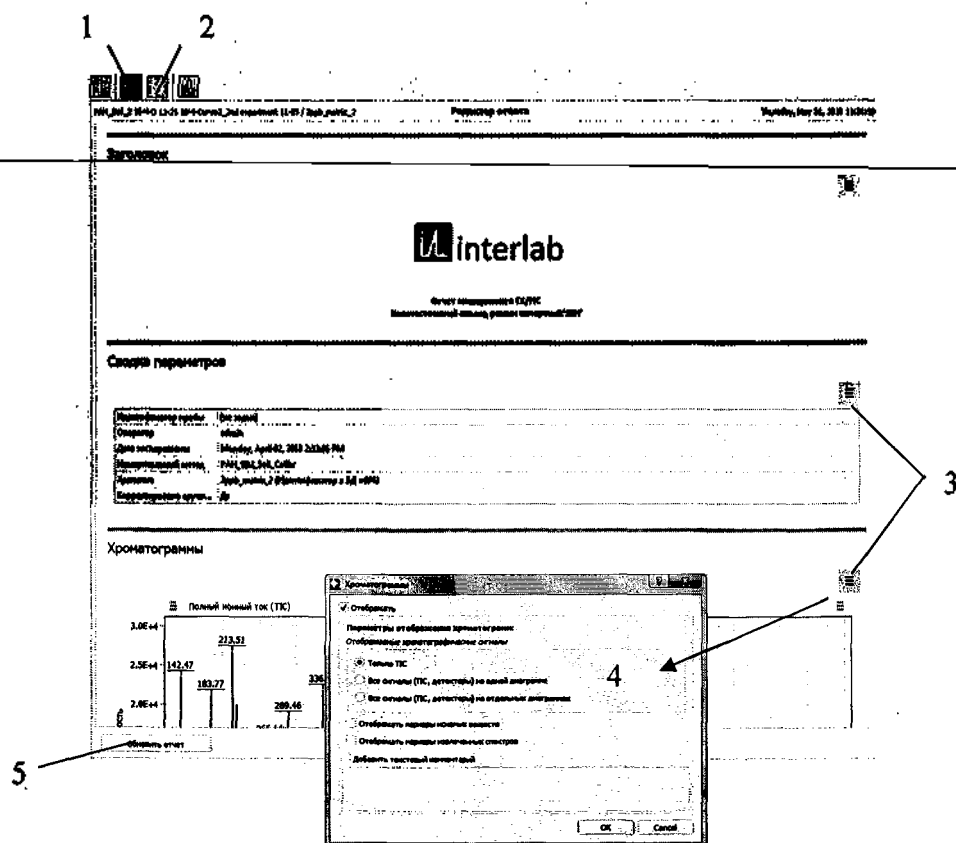


Рисунок 220 – Страница Редактора отчета (показан и сектор, используемый для настройки содержания отчета)

При пользовании Редактором отчета, одновременно формируется документ отчета, отображаемый на странице, обозначенной зоной 2 (см. рисунок, приведенный на предыдущей странице).

***Примечание:** Отчет создается, как окончательный (разделен на страницы и представлен в формате PDF). Не подлежит дальнейшему редактированию. Все редактирование может производиться только через Редактор отчета.*

На странице Редактора, части отчета показаны в том порядке, который был оговорен в методе, используемом для анализа. В каждой части отчета имеется клавиша, обозначенная позицией 3 (на рисунке, приведенном на предыдущей странице). Нажатием этой клавиши можно вызвать сектор, дающий возможность настройки (обозначен позицией 4 на рисунке, приведенном на предыдущей странице).

После редактирования параметров, соответствующих частям отчета, необходимо нажать клавишу Обновить отчет (позиция 5 на рисунке, приведенном на предыдущей странице). При этом, сам отчет будет создан заново (с учетом внесенных изменений).

Части отчета могут содержать множество вкладок, в которых отображаются (например) результаты анализа содержания интересующих веществ или результаты библиотечного поиска.

Прошнуровано, пронумеровано и скреплено
печатью

249/двух серых двук/листов

Генеральный директор



[Handwritten signature]

Литвинова Н.В.

[Large handwritten mark]