

Система регистрации и обработки спектрометрической информации

UniChrom 4.6



Техническое описание
&
Руководство пользователя



Авторские права Товарные знаки и торговые марки

Исключительное право тиражирования аппаратных и программных средств системы UniChrom® и её документации принадлежит ООО "Новые аналитические системы" и охраняется законодательством Республики Беларусь и Российской Федерации, а также Всемирной Конвенцией по авторским правам и прямыми обязательствами официальных пользователей, оговорёнными в договорных соглашениях.

NAS, New Analytical Systems, НАС, Новые Аналитические Системы, UniChrom®, ЮниХром® – являются торговыми марками ООО "Новые Аналитические Системы".

Программное обеспечение UniChrom зарегистрировано в федеральном институте промышленной собственности Российской Федерации за номером 200461079 от 30.03.2004.

Товарные знаки и торговые марки, упомянутые в настоящем документе, являются собственностью соответствующих владельцев.



ООО "Новые аналитические системы", 1993 – 2004
ул. Грушевская 124-208, 220089 Минск, Беларусь
Тел. (факс): +375 (172) 26-25-17
E-mail: unichrom@unichrom.com
Web: www.unichrom.com







Содержание

Авторские права Товарные знаки и торговые марки.....	2
1. Общие сведения.....	11
1.1. Назначение и область применения.....	13
1.1.1. Аппаратная часть системы UniChrom.....	13
1.1.1.1. Газовые хроматографы.....	13
1.1.1.2. Жидкостные хроматографы.....	15
1.1.1.3. Системы капиллярного электрофореза.....	15
1.1.1.4. Аналого-цифровые и другие внешние преобразователи и устройства.....	15
1.1.1.5. Лабораторная сеть L-net.....	16
1.1.1.6. Измерительные каналы системы.....	17
1.1.1.7. Внешний вид ADC L-net – vxx.....	18
1.1.2. Программный продукт системы UniChrom.....	19
1.1.2.1. Базовый пакет ПО и документация.....	19
1.1.2.2. Драйверы поддержки аналитического оборудования.....	20
1.1.2.3. Готовые решения.....	21
1.1.3. Метрологическое обеспечение.....	26
1.2. Общие характеристики системы.....	27
1.3. Лицензионное соглашение и ограниченная гарантия.....	32
2. Установка и настройка.....	37
2.1. Начальные операции.....	39
2.1.1. Распаковка и проверка комплектности.....	39
2.1.2. Подготовка компьютерного оборудования.....	40
2.2. Установка и подключение оборудования.....	41
2.2.1. Общие меры предосторожности.....	41
2.2.2. Установка электронного ключа и подключение принтера.....	42
2.2.3. Установка и подключение измерительного оборудования.....	43
2.3. Установка и настройка программы.....	43
2.3.1. Установка программного обеспечения.....	43
2.3.2. Настройка на работу с аналитическим оборудованием.....	44
2.3.3. Обновление программного обеспечения UniChrom через Интернет.....	46
2.3.4. Удаление программного обеспечения UniChrom.....	47
2.3.5. Разрешение вопросов по установке и настройке программы.....	47
2.4. Редактор конфигурации системы UniChrom.....	48
2.4.1. Внешний вид.....	48
2.4.2. Установка инструмента.....	48
2.4.3. Удаление инструмента.....	49
2.4.4. Настройка параметров.....	49
2.4.4.1. Добавление параметра.....	49
2.4.4.2. Правка параметра.....	49
2.4.4.3. Удаление параметра.....	50
2.4.4.4. Описание параметров (item name) DriverName, DriverFreg, ComName.....	50
2.5. Конфигурация газохроматографического оборудования в системе UniChrom.....	50
2.5.1. Общий подход к работе с газовыми хроматографами любого типа.....	52



2.5.1.1.	Систематизация регуляторов газового хроматографа	53
2.5.1.2.	Режимы работы хроматографа	57
2.5.1.3.	Температурные регуляторы	59
2.5.1.4.	Газовые регуляторы	61
2.5.1.5.	Регулятор газа-носителя	62
2.5.2.	Параметры реестра для хроматографа "Кристалл-5000"	63
2.5.2.1.	Параметры установки драйвера	63
2.5.2.2.	Параметры подключения к прибору	63
2.5.2.3.	Параметры настройки хроматографа	63
2.5.3.	Примеры различных конфигураций оборудования в системе UniChrom	64
2.5.3.1.	Управление "Цвет-800"	64
2.5.3.2.	Управление HP-6890	65
2.5.3.3.	Управление "Кристалл-2000M"	66
2.5.3.4.	Управление "Кристаллюкс-4000"	66
2.5.3.5.	Пример комплекса для анализа детального углеводородного состава бензинов, бензиновых фракций и дизельных топлив	67
2.5.3.6.	Пример комплекса для анализа газовых поверочных смесей	69
2.5.3.7.	Настройка параметров хроматографа "Кристаллюкс-4000"	69
2.5.4.	Установка нескольких инструментов одного типа	75
2.5.5.	Установка драйверов и регистрация в системном реестре	75
2.5.6.	Меню редактора конфигурации	75
2.6.	Установка ADC L-net	76
2.6.1.	Введение	76
2.6.2.	Особенности установки сети L-net	76
2.6.3.	Диагностика неисправностей	78
2.6.4.	Усилитель малых токов	79
2.6.5.	Усилитель малых напряжений	80
2.6.6.	Кабель RS-232	80
2.7.	Способы подключения блоков АЦП L-net к хроматографическому оборудованию	82
2.8.	Запуск программы Uwin32.exe	83
2.8.1.	Запуск с рабочего стола Windows	83
2.8.2.	Запуск программы через системное меню	83
2.8.3.	Автоматический запуск при включении компьютера	83
2.8.4.	Запуск при открытии файла данных	83
2.8.5.	Параметры запуска программы Uwin32.exe	84
2.8.6.	Дополнительные сведения	84
2.9.	Опробование	84
2.9.1.	Тестирование измерительного канала	85
2.9.2.	Задание режима работы газового хроматографа	86
2.9.3.	Задание режима работы жидкостного хроматографа	86
2.9.4.	Запуск измерения	86
2.9.5.	Разрешение вопросов по регистрации сигналов и управлению хроматографами	87
3.	Основные операции	89
3.1.	Кратчайший путь к цели	91
3.1.1.	Как это сделать быстрее?	91





3.1.2.	Попробуем это автоматизировать	92
4.	Справочная информация	95
4.1.	Окно UniChrom	97
4.1.1.	Общие сведения об элементах управления окна	97
4.1.2.	Настройка внешнего вида	98
4.1.3.	Объекты рабочего стола программы	99
4.1.4.	Меню программы	99
4.1.4.1.	Стандартные методы работы с меню в Windows	100
4.1.4.2.	Команды меню Файл	100
4.1.4.3.	Команды меню Правка	101
4.1.4.4.	Команды меню Инструменты	101
4.1.4.5.	Команды меню Окна	102
4.1.4.6.	Команды меню Помощь	103
4.1.5.	Панели инструментов	103
4.2.	Спектры в системе UniChrom	105
4.2.1.	Структура спектра	105
4.2.2.	Различные применения спектров	107
4.2.2.1.	Метод анализа	107
4.2.2.2.	Шаблон анализов	107
4.2.2.3.	Хроматограмма	107
4.2.2.4.	Библиотека пиков	108
4.3.	Окно спектра	109
4.3.1.	Общие сведения об элементах управления окна	109
4.3.2.	Состояния спектра	110
4.3.3.	Информация о спектре в заголовке окна	110
4.3.4.	Навигатор слоёв	110
4.3.4.1.	Команды навигатора	111
4.3.4.2.	Особенности работы со слоями	111
4.3.4.3.	Управление навигатором с помощью мыши и клавиатуры	111
4.3.5.	Индикатор текущего слоя	112
4.3.6.	Индикатор состояния спектра	112
4.3.7.	Общие методы работы с вкладками спектра	112
4.4.	Страница спектра	113
4.4.1.	Управление отображением (масштабом) графика	114
4.4.2.	Маркеры	115
4.4.3.	Дисплей данных	115
4.4.4.	Ось Y	116
4.4.5.	Ось X	116
4.4.6.	Стрелки масштабирования спектра	116
4.4.7.	"Резиновая рамка"	116
4.4.8.	Дисплей окна или область графика	116
4.4.9.	Меню параметров отображения	117
4.5.	Страница свойств спектра	118
4.5.1.	Паспорт хроматограммы	123
4.6.	Страница пиков спектра	124
4.7.	Страница метода спектра	126
4.8.	Калибровка в окне спектра	127
4.9.	Инструмент окна спектра	128
4.9.1.	Подключение прибора к окну спектра	129
4.9.2.	Установки ГХ прибора	129





4.9.2.1.	Термостат	130
4.9.2.2.	Инжекторы	130
4.9.2.3.	Детекторы	130
4.9.3.	Установки ЖХ прибора	131
4.9.4.	Установки ЖХ "Миличром-5" / "Миличром А-02"	133
4.9.5.	Работа с ГХ или ЖХ прибором	134
4.9.5.1.	Подготовка к измерению	134
4.9.5.2.	Измерение	134
4.9.5.3.	Завершение измерения	134
4.10.	Таблица слоёв	135
4.11.	Таблица образцов	135
4.12.	Параметры ввода	136
4.13.	Дополнительные устройства	137
4.14.	Обработка хроматограммы	137
4.14.1.	Окно свойств пика	137
4.14.1.1.	Общие свойства пика	137
4.14.1.2.	Специальные свойства пика	139
4.14.1.3.	Дополнительные свойства пика	140
4.14.1.4.	Библиотека спектра в окне свойств пика	141
4.14.1.5.	Свойства библиотеки	142
4.14.2.	Хроматографические свойства пика	143
4.14.2.1.	Полуширина	143
4.14.2.2.	Относительное удерживание	144
4.14.2.3.	Разрешение пиков	144
4.14.2.4.	Число теоретических тарелок	144
4.14.2.5.	Число эффективных теоретических тарелок	144
4.14.2.6.	Высота, эквивалентная эффективной теоретической тарелке	144
4.14.2.7.	Кэффициент извлечения (коэффициент ёмкости колонки)	145
4.14.2.8.	Фактор "хвостатости" пика	145
4.15.	Окно обработки спектра	145
4.15.1.	Сглаживание спектра	146
4.15.2.	Поиск пиков	148
4.15.2.1.	Выбор параметров поиска пиков	149
4.15.3.	Правка пиков	150
4.15.4.	Расчёт параметров пиков	152
4.15.4.1.	Расчёт концентрации методом внутренней нормализации	152
4.15.4.2.	Относительные коэффициенты чувствительности	153
4.15.4.3.	Расчёт концентрации методом внутреннего стандарта	154
4.15.4.4.	Расчёт групповых концентраций	154
4.15.4.5.	Расчёт концентрации методом внешнего стандарта	155
4.15.4.6.	Расчёт концентрации токсинов	155
4.15.4.7.	Расчёт линейных и логарифмических индексов удерживания в группе пиков	156
4.15.4.8.	Расчёт параметров бензинов	157
4.15.4.9.	Настройка групп углеводородов для расчёта октанового числа	157
4.15.4.10.	Давление насыщенных паров	158
4.15.5.	Работа с библиотекой	158
4.15.6.	Создание отчёта	160





4.16.	Принципы автоматической обработки хроматограмм	161
4.16.1.	Основные определения	161
4.16.2.	Окно макроса	161
4.16.3.	Кнопка запуска макроса на исполнение	162
4.17.	Общие сведения по работе с окнами в Windows	163
4.17.1.	Активизация окна	163
4.17.2.	Свёртывание окна	163
4.17.3.	Развёртывание окна и восстановление его исходных размеров	163
4.17.4.	Изменение размеров окна	163
4.17.5.	Перемещение окна по экрану	164
4.17.6.	Закрытие окна	164
4.17.7.	Системное меню окна	164
4.17.8.	Дополнительные сведения	164
4.18.	Контекстная помощь	164
4.18.1.	Кнопка помощи Help	165
4.18.2.	Меню "Помощь"	165
4.18.2.1.	Меню "Содержание"	166
4.18.2.2.	Меню "Что это?"	167
4.18.2.3.	Меню "О системе..."	167
4.19.	Расшифровка хроматограммы	167
4.20.	Расчёт площади под пиком	170
5.	Автоматическая обработка хроматограмм	173
5.1.	Обработка хроматограммы	175
5.1.1.	Коррекция измеренных данных	175
5.1.2.	Разметка и интегрирование хроматограммы	177
5.1.3.	Идентификация пиков	184
5.1.4.	Расчёт концентраций	187
5.1.5.	Вывод результатов измерений на печать	189
5.1.6.	Запись макро	192
6.	Приложения. Аналитические решения	197
6.1.	Введение	199
6.2.	Построение автоматического алгоритма методики выполнения измерений и формирования итогового отчёта средствами UniChrom и MS Excel	199
6.3.	Руководство по использованию "Журнала учета анализов для токсикологических лабораторий наркодиспансеров"	208
6.3.1.	Установка ПО "База"	208
6.3.2.	Состав ПО	208
6.3.3.	Запуск программного обеспечения	208
6.3.4.	Работа с программным обеспечением	209
6.3.5.	Нештатные ситуации	209
6.3.6.	Вид программы - редактора "Журнал учета проведенных анализов"	209
6.3.7.	Вид формы, выдаваемой программным обеспечением "Журнал учета проведенных анализов" в Microsoft Excel	211
6.4.	Шаблоны выполнения методики поверки хроматографа с системой UniChrom по СТБ 1287	212
6.4.1.	Опробование	212
6.4.2.	Сходимость. Определение СКО времени выхода пика, высоты пика, площади пика и предела детектирования	213





6.4.3. Воспроизводимость. Определение СКО времени выхода, высоты пика, площади пика и предела детектирования через 48 часов	213
6.4.4. Свидетельство	214
6.5. Детальный углеводородный анализ (DHA), определение инспектируемых параметров автомобильных бензинов и бензиновых фракций по МВИ 998-99 и СТБ 1276	219
6.5.1. Установка пакета UniChrom DHA	219
6.5.2. Определение углеводородного состава и расчёт инспектируемых параметров автомобильных бензинов	221
6.6. Комментарии к расчёту массовой доли бензола и содержания примесей по ТУ 2706-2-95	225
6.7. Анализ сжиженного газа по ГОСТ 10679-76	229
6.8. Использование основного компонента (растворителя) в качестве внутреннего стандарта при количественном хроматографическом определении примесей	234
6.8.1. Введение	234
6.8.2. Теория	234
6.8.3. Примеры шаблонов выполнения измерений по ISO 10362, ISO 10316 и ГОСТ 51698	236
6.8.4. Шаблон методики определения воды и никотина в конденсате дыма. ISO 10362 и ISO 10315	236
6.8.5. Шаблон методики определения токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом по ГОСТ 51698	240





1. Общие сведения





1.1. Назначение и область применения

Аппаратно-программный комплекс (система) UniChrom¹ предназначен для автоматизации, управления и систематизации процессов хроматографических исследований и анализов любой сложности в лабораторных и заводских условиях.

Система UniChrom является эффективным инструментом для:

- формирования единой измерительно-информационной сети;
- управления газовыми и жидкостными хроматографами;
- регистрации, обработки и хранения хроматографических данных;
- проведения серийных и отдельных исследовательских анализов;
- построения последовательностей сбора данных и сценариев обработки хроматограмм в автоматическом режиме;
- создания протоколов измерений и отчётов;
- разработки хроматографических методик;
- доступа к локальным и удалённым специализированным базам данных;
- проведения метрологических аттестаций и поверок хроматографического оборудования.

Система UniChrom обеспечивает единый стиль работы с различными газовыми и жидкостными хроматографами, а также с дополнительными устройствами к ним (дозаторы автоматические жидкостные и газовые, переключатели газовых потоков и др.)

Прототипами системы UniChrom являются системы обработки данных, классифицируемые как “The Chromatography Data System – CDS” (OIML R83 Edition 1990).

1.1.1. Аппаратная часть системы UniChrom

Система UniChrom поддерживает работу следующих хроматографов и устройств:

1.1.1.1. Газовые хроматографы

Прибор	Изготовитель	Степень поддержки (контроль и управление)
“Кристалл-2000М/5000”	СКБ “Хроматэк”	<ul style="list-style-type: none">– Температурные зоны детекторов, инжекторов, термостата и приставки;– потоки газов (носитель, окислитель, топливный газ);– устройство автоматического ввода пробы (auto-sampler);– регистрация сигналов по четырём каналам.

¹ сокр. от англ. Universal Chromatography – универсальная хроматография



Прибор	Изготовитель	Степень поддержки (контроль и управление)
“Кристаллюкс-4000”	СКБ “Мета-Хром”	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, инжекторов, термостата и приставки; – потоки газов (носитель, окислитель, топливный газ); – регистрация сигналов по трём каналам.
HP 4890/5890	Hewlett Packard Inc.	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, инжекторов и термостата; – регистрация сигналов по двум каналам.
HP 6890	Hewlett Packard Inc.	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, инжекторов и термостата; – потоки газов (носитель, окислитель, топливный газ); – устройство автоматического ввода пробы (auto-sampler); – регистрация сигналов по двум каналам.
GC-17A	Shimadzu Inc.	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, переходной камеры, инжекторов и термостата; – регистрация сигналов по двум каналам через внешний модуль ADC L-net (Unit of Lab ADC network – см. ниже).
“Цвет-800”	ОАО “Цвет”	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, переходной камеры, инжекторов и термостата; – регистрация сигналов по двум каналам.
“Цвет-800” & ADC L-net	ОАО “Цвет” ООО “НАС”	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, переходной камеры, инжекторов и термостата; – регистрация сигналов по двум каналам через внешний модуль ADC L-net (Unit of Lab ADC network – см. ниже).
“Цвет-500” & TCB & ADC L-net	ОАО “Цвет” ООО “НАС”	<ul style="list-style-type: none"> – температурные зоны детекторов, переходной камеры, инжекторов и термостата через встроенный в БПГ-167² модуль TCB (The Temperature Control Block); – регистрация сигналов по двум каналам через встроенный в БПГ-167 модуль ADC L-Net.

² блок подготовки газов





1.1.1.2. Жидкостные хроматографы

Прибор	Изготовитель	Степень поддержки (контроль и управление)
“Стайер” & ADC L-net	ЗАО НПКФ “Аквилон” ООО “НАС”	– 4-х градиентные насосы производительностью 10 или 100 мл/мин максимально; – регистрация сигнала через встроенный АЦП и внешний модуль ADC L-Net.
Жидкостной хроматограф со спектрофотометрическим детектором “Флюорат-02-2М”	ЗАО “Люмэкс”	– 4-х градиентные насосы производительностью 10 или 100 мл/мин максимально; – регистрация сигнала через встроенный АЦП.
Жидкостной хроматограф “Милихром-5”	НПО “Научприбор”	– мониторинг параметров прибора; – регистрация сигнала через встроенный модуль АЦП.
Жидкостной хроматограф “Милихром А-02”	ЗАО “ЭкоНова”	– мониторинг параметров прибора; – регистрация сигнала через встроенный модуль АЦП.

1.1.1.3. Системы капиллярного электрофореза

Прибор	Изготовитель	Степень поддержки (контроль и управление)
Система капиллярного электрофореза “Капель-103”	ЗАО “Люмэкс”	– мониторинг параметров прибора; – регистрация сигнала через встроенный модуль АЦП.

1.1.1.4. Аналого-цифровые и другие внешние преобразователи и устройства

Прибор	Изготовитель	Примечания
ADC L-net	ООО “НАС”	– 2-канальный 24-битный биполярный аналого-цифровой преобразователь на базе чипа AD 7710 фирмы Analog Devices. Позволяет измерять ток и (или) напряжение с выходов хроматографов и напрямую с детекторов; – настраиваемые параметры – конфигурация измерительных каналов, диапазоны измерений и частота сбора данных.





Прибор	Изготовитель	Примечания
Counter	ООО "НАС"	<ul style="list-style-type: none"> – 2(4)-канальная компьютерная плата счётчиков и 2(4) модуля "ГУН", преобразующих напряжения с выходов хроматографов в частоты; – настраиваемые параметры – частота сбора данных.
SoundBlaster		– любая звуковая карта, установленная в компьютер, может быть использована в качестве регистрирующего устройства, преобразующего выходной сигнал хроматографа в цифровой эквивалент.
ADC E-24	ЗАО "L-card"	– 4-канальный 24-битный аналого-цифровой преобразователь в виде выносного модуля.
AquilADC	ЗАО НПКФ "Аквилон"	– 2-канальный 24-битный аналого-цифровой преобразователь в виде выносного модуля.
МультиХром-16/24	ЗАО "Амперсэнд"	– 2- или 4-канальный 16/24-битный аналого-цифровой преобразователь в виде выносного модуля.

1.1.1.5. Лабораторная сеть L-net

Система UniChrom обеспечивает регистрацию аналоговых сигналов с выходов хроматографов и (или) непосредственно с детекторов через внешние 2-канальные аналого-цифровые преобразователи ADC L-Net, которые объединяются в лабораторную двухпроводную измерительную сеть (The Laboratory ADC Network – L-net). Устройства подключаются по цепочке. Связь с компьютером осуществляется по стандартной линии RS-232, которая преобразуется в линию RS-485. Максимальное число измерительных каналов лабораторной сети L-net может достигать 32, что соответствует 16 устройствам на одной линии RS-485. При наличии свободных портов в компьютере, сеть может быть расширена и дополнена оборудованием, перечисленным выше.

Лабораторная измерительная сеть L-net системы UniChrom предназначена для формирования единого для лаборатории (предприятия) формата измерений, единого формата хранения измеренной информации, единого формата отчётов, протоколов и т. д.



Блоки преобразователей ADC L-net содержат прецизионные усилители малых токов и напряжений. Уровень приведенных шумов составляет $1 \cdot 10^{-14}$ А и 0,3 мкВ, соответственно. Переключение диапазонов чувствительности усилителей происходит автоматически.

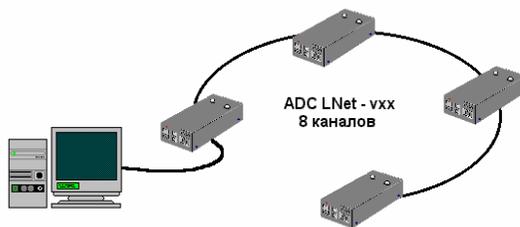
Компоненты сети L-net – аналого-цифровые преобразователи ADC L-net – предназначены для модернизации отечественных хроматографов “ЛХМ-8”, “Биохром-1”, “3700”, “Цвет-3006”, “Цвет-100”, “Цвет-500”, “Цвет-800”, “Милихром”, “Кристалл 2000M/5000”, “Кристаллюкс-4000”, зарубежных хроматографов Хром-5, Carlo Erba, Gilson, Waters, Beckman, Perkin-Elmer, Varian, Hewlett Packard, а также других газовых и жидкостных хроматографов, имеющих аналоговый выход напряжения в диапазоне от –3 до +3 В или аналоговый выход тока в диапазоне от –0,5 до +0,5 мА.

1.1.1.6. Измерительные каналы системы

Система UniChrom в минимальной конфигурации имеет два независимых канала измерений, которые представляют собой совокупность таких технических средств как выносной блок двухканального интерфейса связи хроматографа с компьютером и сам компьютер с соответствующим программным обеспечением. Каждый измерительный канал системы UniChrom, в соответствии с алгоритмом его функционирования, измеряет с заданной частотой входное напряжение, поступающее от источника сигнала, запоминает его для последующей математической обработки, а значение измеренного напряжения в удобном для пользователя виде отображается на экране монитора компьютера. По своим техническим и метрологическим характеристикам измерительные каналы системы эквивалентны между собой.

Возможность последовательного подключения дополнительных блоков к уже имеющимся позволяет работать одновременно с 32 измерительными каналами.

Рис. 1. Пример лабораторной сети устройств ADC L-net – vxx на восемь каналов

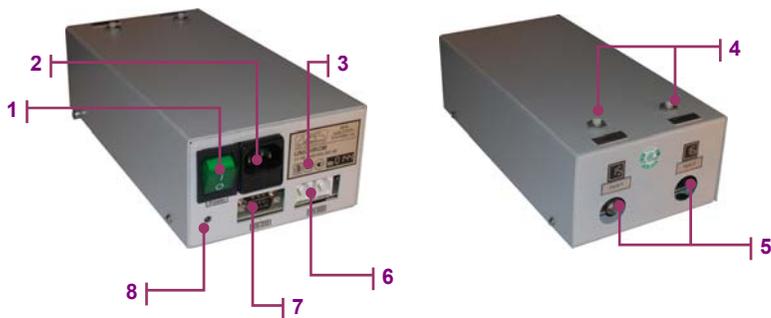


1.1.1.7. Внешний вид ADC L-net – vxx3

Интерфейс связи хроматографа с компьютером сегодня – это отдельный блок (ADC L-net), который принимает аналоговый сигнал от хроматографа, усиливает его с **переменным коэффициентом** усиления, зависящим от величины входного сигнала, выполняет преобразование аналогового сигнала в цифровой и отправляет полученный цифровой эквивалент входного сигнала в компьютер. Команда разработчиков, решив подчеркнуть универсальность данного устройства в рамках системы UniChrom, предложила исполнить ADC L-net в виде блока с “размерами кирпича”. Но в процессе разработки по техническим причинам пришлось добавить 5 миллиметров к высоте. Таким образом, реальные габариты блока составили 240X120X65 мм (см. Рис. 2). Сборка блока и всех его внутренних узлов производится винтами М3х8⁴.

Рис. 2. Внешний вид интерфейса связи хроматографа с компьютером (ADC L-net – vxx)

1 – тумблер “Сеть”; 2 – гнездо для подключения сетевого кабеля; 3 – серийный номер; 4 – кнопки старта измерения по каждому из двух каналов соответственно; 5 – входные гнезда для соответствующих каналов; 6 – разъёмы для подключения новых устройств в сеть L-net; 7 – разъём подключения устройства к компьютеру; 8 – индикатор работоспособности устройства.



Метка с серийным номером содержит наименование фирмы-производителя NAS, товарный знак UNICHRUM, тип устройства, тип используемого АЦП, шестизначный серийный номер, месяц и год выпуска, например:

NAS Ltd Serial № ADC.NM.7710.000007.12.98

³ версия устройства.

⁴ Новые Аналитические системы не рекомендуют вскрывать блоки ADC L-net – vxx в течение гарантийного срока. Блоки с неисправностями происшедшими по вине пользователя гарантийному обслуживанию не подлежат.

Рядом с серийным номером находится знак, указывающий на то, что система UniChrom сертифицирована и занесена в Реестр государственной регистрации средств измерений Республики Беларусь, Российской Федерации, Украины:



ADC L-net v.03 изготавливается в корпусе блока подготовки газов БПГ-167 и представляет собой функционально идентичный комплекс. Эти блоки предназначены для автоматизации ГХ "Цвет-500" или "Цвет-560" с целью замены устройства управления БУ-125 и усилителя малых токов БИД-36 единым модулем под управлением персонального компьютера. Кроме измерительных каналов внутри корпуса находится блок управления термостатом, который обеспечивает задание температурной программы и поддержания температур пяти зон нагрева с параметрами не хуже БУ-125.

1.1.2. Программный продукт системы UniChrom

Программный продукт системы UniChrom выпускается на белорусском, русском, украинском, немецком, английском, французском языках и включают в себя следующие основные компоненты:

1.1.2.1. Базовый пакет ПО⁵ и документация

Состав	Примечания
1. Инсталляционные файлы	Предназначены для установки и удаления программных компонентов системы UniChrom.
2. Главный исполняемый модуль системы UniChrom	Решает общие задачи хроматографического анализа, такие как регистрация хроматограмм, обработка и хранение данных, формирование протоколов и отчётов, взаимодействие с другими программами и базами данных.
3. Драйверы устройства L-net	Набор специализированных файлов для обеспечения регистрации хроматограмм через внешние модули ADC L-net.
4. Редактор конфигурации	Инструмент для создания и конфигурирования аппаратных средств системы UniChrom.

⁵ программное обеспечение.



Состав	Примечания
5. Примеры хроматограмм	Файлы данных, предоставляемые для тренировки и самообучения пользователей работе с программой системы UniChrom.
6. Справочная система	Руководство пользователя и другая справочная информация в электронном виде с элементами быстрого поиска, “горячими” клавишами и “всплывающими” подсказками.
7. Паспорт	Твёрдая копия паспорта на систему UniChrom
8. Руководство пользователя	Твёрдая копия настоящего документа.
9. Методика поверки системы UniChrom	По выбору Заказчика твёрдая копия документа МП 330-97, МИ 2678-2001 (РФ), МП.МН 1036-2001 (РБ) или СТБ 1287-2001 (РБ).
10. Электронный ключ	Устройство защиты программного обеспечения системы UniChrom.

Детально базовый пакет программного обеспечения системы UniChrom описывается в последующих разделах настоящего документа.

Разработчик оставляет за собой право вносить изменения в состав программного пакета, не ухудшающие функциональности и характеристик программного обеспечения и оборудования. Некоторые функции программного обеспечения могут быть не описаны в данном документе и будут документированы в следующих выпусках руководства пользователя.

1.1.2.2. Драйверы поддержки аналитического оборудования

Оборудование	Файлы поддержки			
	*.dll	*.inf	*.vxd / *.sys	*.cal
“Кристалл 2000М”	cr2000.dll	cr2000.inf	–	–
“Кристалл 5000М”	cr5000.dll	cr5000.inf	–	–
“Crystallux-4000”	crys4000.dll	crys4000.inf	–	–
HP 4890/5890	hp5890.dll hp5890a.dll	hp5890.inf hp5890a.inf	–	–
HP 6890	hp6890.dll	hp6890.inf	–	–
GC-17A	gc17a.dll	gc17a.inf	–	–
“Цвет-800”	chrom800.dll	chrom800.inf	–	–



Оборудование	Файлы поддержки			
	*.dll	*.inf	*.vxd / *.sys	*.cal
“Цвет-800” & ADC L-net	Inetc32.dll , Inet800.dll	Inet800.inf	Inet.vxd / Inet.sys	–
“Цвет-500” & TCB & ADC L-net	Inetc32.dll , tcb500n.dll	chrom500.inf	Inet.vxd / Inet.sys	–
“Стайер” & ADC L-net	Inetc32.dll , marathon.dll	marathon.inf	Inet.vxd / Inet.sys	–
“Milichrom-5”	milichrom.dll	milichrom.inf	Inet.vxd / Inet.sys	–
“Milichrom A-02”	Ma02.dll	Ma02.inf	Inet.vxd / Inet.sys	–
“Капель-103”	kapel32.dll	kapel.inf	–	–
“Флюорат-02-2М”	fluo02.dll	fluo02.inf	–	–
ADC L-net	Inetc32.dll	Inet.inf	Inet.vxd / Inet.sys	–
Counter	cntrc32.dll	vcntrd.inf , counter.inf	vcntrd.vxd , counter.sys	ctrw.cal
SoundBlaster	sbwin32.dll	sbwin32.inf	–	–
ADC E-24	e24.dll	e24.inf	–	–
AquilADC	aquiladc.dll	aquiladc.inf	–	–
“Мультихром-16”	mlcwin32.dll	mlcwin32.inf	–	–
“Мультихром-24”	mlc98_32.dll	mlc98_32.inf	–	–

1.1.2.3. Готовые решения

ООО “НАС” предлагает готовые решения конкретных хроматографических задач. Решения основаны на базовом программном обеспечении системы UniChrom и включают дополнительно:

- специализированные базы данных;
- специальные модули подсчёта хроматограмм;
- наборы принятых форм протоколов и отчётов;
- нормативную документацию;
- инструкции по выполнению измерений.

Ниже приводится список готовых решений с указанием телефонов для консультаций по соответствующей теме.



Наименование анализа	Телефоны для справок
<p>Детальный углеводородный анализ бензинов. Определение фракционного состава, давления насыщенных паров, детонационной стойкости и плотности</p> <p>Аттестованная МВИ №МН 998-99</p> <p>Государственный стандарт РБ СТБ 1276-2001 “Топлива для двигателей внутреннего сгорания. Бензин неэтилированный. Методика определения параметров”</p>	<p>+375-23-51-532-73 Гремяко Надежда Николаевна, +375-23-51-533-11 Кишко Лариса Федоровна Центральная заводская лаборатория Мозырского нефтеперерабатывающего завода</p> <p>+375-21-45-994-06 Куцевич Светлана Викторовна ЦЗЛ ОАО “Нафтан”</p> <p>+375-17-297-670 Лучинина Яна Леонидовна, Лаборатория ГСМ Государственного экспертно-криминалистического центра МВД Республики Беларусь</p> <p>+375-17-262-517 Мазаник Аркадий Леонидович, Лаборатория аналитических исследований Института ядерных проблем Белорусского государственного университета</p> <p>+7-8462-42-35-80 Пимерзин Андрей Алексеевич Кафедра химической переработки нефти и газа Самарский государственный технический университет</p> <p>+375-21-45-772-57 Кирпичёнок Людмила Витальевна ОАО “Полимир” (Новополоцкий НПЗ)</p> <p>+380-48-2-34-09-16 Онищенко Сергей, ЦЗЛ ОАО “ЛУКОЙЛ-Одесский НПЗ”</p> <p>+7-812-340-01-20 Хаецкий Александр Степанович ФГУ “Центр испытаний и сертификации”, г. Санкт-Петербург</p> <p>+380-64-51-238-67 Сланевская Надежда Петровна ОАО “ЛиНОС” (“Лисичанскнефтеоргсинтез”)</p>





Наименование анализа	Телефоны для справок
Анализ компонентного состава природного горючего газа. Определение теплоты сгорания, относительной плотности и числа Воббе Аттестованная МВИ №МН 1140-99	+7-812-323-96-42 Коврижных Михаил Александрович, +7-812-323-96-43 Вишняков Игорь Михайлович ФГУП "ВНИИМ им. Д. И. Менделеева" +375-17-2856-306 Колосовская Светлана Николаевна, Химическая лаборатория ОАО "Белтрансгаз" +375-15-279-47-98 Колодко Тамара Михайловна, ЦЗЛ РУП ПО "Гродненский Азот"
Анализ трансформаторного масла на содержание растворённых газов РД 34.43.105-89 и РД 34.46.303-89	+375-17-2291-879 Чуянова Наталья Алексеевна, РУП "МинскЭнерго"
Определения этилового спирта в жидких биологических средах организма. Аттестованная МВИ №МН 1329-2000	+375-17-2358-602 Чубуков Александр Михайлович, Минский городской наркологический диспансер; +375-15-2448-331 Хомбак Людмила Васильевна, Гродненский областной наркологический диспансер; +375-17-2781-560 Полюх Татьяна Даниловна, Управление Белорусской государственной службы судебно-экспертной по Минску и Минской области; +375-23-95-27-62 Чернина Раиса Ивановна Гомельский областной наркологический диспансер; +375-21-22-4-75-59 Фадеев Василий Иванович, Управление Белорусской государственной службы судебно-экспертной по Витебску и Витебской области.
Определение содержания пестицидов в продуктах питания. Определение хлорорганических пестицидов в капусте, картофеле и	+375-17-506-23-73 Грушенко Михаил Михайлович, НИИ защиты растений, г. Минск; +375-17-506-11-66





Наименование анализа	Телефоны для справок
<p>яблоках.</p> <p>Аттестованная МВИ №МН 920-98</p>	<p>Яшманская Бронислава Брониславовна, Госстанция защиты растений, г. Минск; +375-17-278-05-49 Емельянов Сергей Анатольевич, Республиканский центр гигиены и эпидемиологии, г. Минск; +375-17-232-64-07 Перцовский Аркадий Литвинович, Жданов Юрий Иванович, РНПЦКиБПП Минздрава Беларуси; +375-17-237-62-17 Филанчук Татьяна Ивановна, РУП "БелГИМ" Госстандарта Беларуси; +7-4242-42-27-93 Сахалинский СанЭпидНадз Анисимова Людмила Павловна Гродненский, Витебский, Гомельский, Пинский и Молодеченский ЦСМ.</p>
<p>Определение наркотических средств растительного происхождения.</p>	<p>Экспертно-криминалистические отделы УВД Витебского, Гродненского, Минского, Могилёвского и Гомельского облисполкомов; Экспертно-криминалистический отдел Государственного экспертно- криминалистического центра МВД Республики Беларусь.</p>
<p>Анализ компонентного состава производства "Капролактам-1", "Капролактам-2", "Метанол" ОАО "Гродненский Азот". Аккредитация по ISO 9002</p>	<p>+375-15-279-48-54 Бондаренко Тамара Григорьевна, ЦОТК ОАО "Гродненский Азот"</p>
<p>Анализ компонентного состава основного производства ОАО "Невинномысский Азот". Аккредитация по ISO 9002</p>	<p>+7-8655-44-41-31 Башта Сталина Никитична, ЦОТК ОАО "Невинномысский Азот"</p>
<p>Анализ компонентного состава основного производства ОАО "Щекиноазот".</p>	<p>+7-08751-9-25-48 Шуваева Елена Львовна ЦХЛ ОАО ОАО "Щекиноазот".</p>
<p>Анализ компонентного состава основного производства ОАО "Черкасский Азот".</p>	<p>+380-472-14-23-24 Гордиенко Юрий Гаврилович ЦОТК ОАО "Черкасский Азот"</p>





Наименование анализа	Телефоны для справок
Анализ компонентного состава производства органического синтеза.	+375-22-2449-498 Соколов Василий Дмитриевич, ЦЗЛ Могилёвского ПО "Химволокно"
Анализ компонентного состава продуктов производства метанола.	+7-8162-19-62-78 Черных Марина Юзёфовна, Лаборатория цеха метанола Службы Контроля Качества АО "Акрон" ПО "Новгородский Азот".
Определение компонентного состава и показателей качества продуктов нефтепереработки.	+375-21-44-7-87-63 Овчинникова Елена Петровна, ЦЗЛ ПО "Нафтан", Новополоцкий НПЗ
Анализ компонентного состава примесей в высокомолекулярных органических соединениях.	+7-095-135-53-06, Дорохин Глеб, Институт органической химии РАН, г. Москва.
Определение крепости и содержания токсичных микропримесей в алкогольных напитках ГОСТ 51698-2000	+375-17-2275-641 Селёмина Наталья Михайловна, Минский винно-водочный завод "Кристалл"; +7-8352-42-54-81 Котов Юрий ФГУП "Росспиртпром" ЛВЗ "Чебоксарский" +375-17-2297-164 Неверо Александр Сергеевич, Лаборатория пищевых продуктов Государственного экспертно- криминалистического центра МВД Республики Беларусь.
Определение компонентного состава лекарственных веществ в крови по методам внутреннего и внешнего стандарта.	+375-17-2724-598 Мицкевич Павел Борисович, Республиканский Центр трансплантации костного мозга, г. Минск.
Аттестация газовых поверочных смесей	+7-095-437-94-19 Рутенберг Ольга Липповна, ВНИИМС Госстандарта РФ +375-17-275-26-37 Ключиц Александр Сергеевич, РУП "БелГИМ" Госстандарта Беларуси
Определение содержания микропримесей в медицинских препаратах.	+375-17-2293-056 Тюрин Виталий Иванович, ОАО "Белмедпрепараты", г. Минск.





Наименование анализа	Телефоны для справок
Определение содержания органических растворителей в промышленных выбросах.	+375-17-2458-945 Комоско Ирина Викторовна, Минский городской экологический комитет; +375-23-223-75-11 Тепляков Василий Петрович, Могилёвский городской экологический комитет; +375-17-2363-528 Кудрявцева Светлана Ивановна, Медико-биологический институт концерна "Белфарм", г. Минск.
Учебный процесс химического факультета Белорусского государственного университета.	+375-17-2264-817 Кафедра аналитической химии Рахманько Евгений Михайлович; +375-17-2206-756 Кафедра радиационной химии и химической технологии Шадыро Олег Иосифович +375-17-220-39-16 Кафедра термодинамики органических веществ Кабо Геннадий Яковлевич
Учебный процесс государственного университета Самарского технического	+7- 846- 242-35-80 Кафедра химической технологии переработки нефти и газа Пимерзин Андрей Алексеевич
Учебный процесс Ассоциация Аналитического (ВНИИМС) Производителей Оборудования	+7-095-437-62-81 Бражников Вадим Васильевич Китаев Илья Евгеньевич

1.1.3. Метрологическое обеспечение

- Система UniChrom сертифицирована в Госстандарте Республики Беларусь и занесена в Реестр государственной регистрации средств измерений Республики Беларусь под № РБ 03 09 0702 98.
- Система UniChrom сертифицирована в Госстандарте Российской Федерации и занесена в Реестр государственной регистрации средств измерений Российской Федерации под № 19675-00.
- Система UniChrom сертифицирована в Госстандарте Украины и занесена в Реестр государственной регистрации средств измерений Украины под № РБ 03 09 0702 98.



- Система UniChrom зарегистрирована в Министерстве здравоохранения Республики Беларусь. Регистрационное удостоверение изделия медицинской техники № МТ-7.685-9907.

Производство системы UniChrom осуществляется в соответствии с техническими условиями ТУ РБ 14597800.001-98.

Метрологическая поверка системы UniChrom выполняется в соответствии с Методикой поверки МП 330-97.

Поверка системы UniChrom проводится 1 раз в год.

В качестве технических средств поверки системы используются генераторы тестовых сигналов специальной формы "ГТС-1", которые выдают прецизионные гистограммы тока и напряжения определённой формы в широком динамическом диапазоне. Гистограммы имитируют реальные хроматограммы. Приборы аттестованы в Госстандарте Республики Беларусь. Свидетельство № 448-6 от 17.10.1998 г. Производитель приборов – ООО "НАС".

Поверка системы UniChrom в составе хроматографического комплекса может осуществляться по следующим нормативным документам:

- Рекомендация Госстандарта РБ МП.МН 1036-2001;
- Государственный стандарт РБ СТБ 1287-2001;
- Рекомендация Госстандарта РФ МИ 2678-2001.

1.2. Общие характеристики системы

Система регистрации и обработки хроматографических данных UniChrom, отличающаяся высоким научно-техническим уровнем решения проблем контроля, управления, сбора, обработки, хранения и систематизации хроматографической информации в сочетании с простым и интуитивно понятным интерфейсом пользователя, позволяет выполнять следующие основные задачи хроматографического анализа:

1. Полный или частичный контроль и управление каждой измерительной единицей, как в отдельной лаборатории, так и в масштабах всего предприятия

- Одновременное подключение к одному компьютеру до 12-ти хроматографических приборов и устройств различных типов, включая хроматографы "Кристалл 2000М/5000", "Кристаллюкс-4000", НР 4890 / 5890 / 6890, GC-17A (Shimadzu), "Цвет-800 / 500", "Стайер", "Миличром-5/A-02" и лабораторную сеть L-net;
- Одновременное включение в одну лабораторную сеть L-net до 32 детекторов всех видов через внешние аналого-цифровые преобразователи ADC L-net или АЦП Е-24 фирмы "L-Card";
- Подключение преобразователей к детекторам осуществляется через аналоговые выходы хроматографов и напрямую, минуя, в случае необходимости, собственную аналоговую часть хроматографов;
- Работа со всеми хроматографами в едином формате системы UniChrom, то есть контроль и управление текущими состояниями хроматографов (если эти функции заложены в самих приборах и поддерживаются программным обеспечением системы), регистрация, обработка и хранение хроматографических данных, а также



формирование отчётов выполняются непосредственно из UniChrom для всех поддерживаемых типов хроматографических приборов и устройств;

- Контроль текущего состояния хроматографов и управление их газовыми потоками, температурами зон, насосами, устройствами автоматического ввода пробы и другими элементами в реальном режиме времени (если эти функции заложены в самих приборах и поддерживаются программным обеспечением системы).

2. Регистрация сигналов

- Система UniChrom в комплексе с указанным выше аналитическим оборудованием не ухудшает технические характеристики данного аналитического оборудования. Уровень шумов, минимальный предел детектирования, дрейф и прочие характеристики сигнала соответствуют паспорту на соответствующее оборудование;
- Система UniChrom в комплексе с аналого-цифровыми преобразователями ADC L-net производства ООО "НАС", позволяет улучшать характеристики аналитического оборудования при регистрации сигнала детектора и доводить их до уровня ADC L-net;
- Модули ADC L-net являются выносными, двухканальными, биполярными, 24-битными устройствами на базе широко распространённого sigma-delta преобразователя AD7710 фирмы Analog Devices с программируемой частотой сбора данных;
- Уровень приведенных шумов при частоте измерения 6,25 Гц составляет $1 \cdot 10^{-14}$ А для канала "ток" и 0,3 мкВ для канала "напряжение";
- Блоки преобразователей ADC L-net содержат прецизионные усилители малых токов и напряжений, которые позволяют подключать их напрямую к детекторам;
- Переключение диапазонов чувствительности усилителей происходит автоматически под управлением микропроцессора, что обеспечивает динамический диапазон измеряемых концентраций в семь порядков без вмешательства оператора;
- Максимальное расстояние от модуля до детектора не превышает одного метра;
- Расстояние от модуля до компьютера не ограничено. Система UniChrom имеет возможность управления устройствами сети L-net через модем по телефонным линиям.

3. Процесс измерения

- Автоматическая настройка приборов и устройств на анализ;
- Контроль уровня нулевого сигнала перед стартом;
- Автоматический запуск хроматограммы при старте измерения и её завершение по истечении заданного времени;
- Изменение длительности анализа (при необходимости) в процессе измерения;
- Максимальная длительность анализа не ограничена алгоритмами ПО системы UniChrom;
- Одновременный запуск хроматограммы, температурной программы и программы газовых потоков при старте (если эти функции заложены в



самих приборах и поддерживаются программным обеспечением системы);

- Автоматический сброс температур и расходов в начальное состояние при завершении анализа, а также по указаниям оператора и при аварии в процессе анализа;
- Полная остановка процесса измерения при необходимости;
- Постоянное отображение текущего состояния датчиков аналитического оборудования и хроматограмм;
- Параллельная и последовательная регистрация многоканальных хроматограмм;
- Масштабирование и просмотр измеряемой хроматограммы и других хроматограмм в процессе измерения;
- Обработка данных в реальном режиме времени, то есть выполнение всех элементов обработки данных (сглаживание, разметка, идентификация, коррекция и другие) для измеряемой хроматограммы и других хроматограмм в процессе измерения;
- Автоматическая медианная фильтрация шумов и выбросов сигнала, настраиваемая перед измерением (может быть как включена, так и выключена);
- Автоматическая обработка хроматограмм по заданному сценарию после завершения измерения;
- Автоматическое исполнение серии последовательных измерений;
- Групповая обработка хроматограмм в серии.

4. **Аппроксимация измеренных данных (сглаживание)**

- Устранение однотоочечных и многотоочечных выбросов;
- Линейная аппроксимация по 3 и 5 точкам;
- Аппроксимация по 5, 9 и 11 точкам полиномом 3 степени;
- Интерполяция сплайном;
- “Фирменное” сглаживание по произвольному числу точек с постоянным и переменным шагом;
- Применение индивидуальных алгоритмов аппроксимации для произвольного числа отдельных участков хроматограммы;
- Выполнение указанных выше методов аппроксимации измеренных данных в ручном и в автоматическом режиме.

5. **Разметка хроматограммы**

- Выявление всех пиков на хроматограмме, включая обращённые пики;
- Максимальное количество пиков не ограничено алгоритмами ПО системы UniChrom;
- Поиск и установка пиков с алгоритмами выбора базы и алгоритмами отбора по ширине, высоте и площади;
- Коррекция разметки с элементами а) добавления, удаления и расщепления перекрытых пиков; б) изменения границ пиков и с) коррекции базы;
- Аппроксимация формы пиков гауссианой (гауссовой кривой) и экспоненциально модифицированной гауссианой;



- Разбивка перекрытых пиков на экспоненциально модифицированные гауссианы с элементами интерполяции фронтов и “хвостов” пиков и их визуального отображения;
- Применение индивидуальных алгоритмов разметки для произвольного числа отдельных участков хроматограммы;
- Выполнение указанных выше методов разметки в ручном и в автоматическом режиме.

6. Работа с библиотеками пиков. Идентификация компонентов

- Создание “гибких” (настраиваемых, модифицируемых и корректируемых под конкретные задачи) библиотек хроматографических пиков;
- Выбор и настройка библиотек для текущего анализа;
- Подбор пиков из библиотеки по временам удержания;
- Выбор пиков из библиотеки по имени, времени удержания и площади;
- Копирование свойств хроматографических пиков из библиотеки в текущую хроматограмму;
- Установка и снятие реперов (метка пиков);
- Установка соответствия временных шкал текущей и библиотечной хроматограммы по меченым пикам, компенсация нестабильности и дрейфа параметров удерживания при идентификации;
- Расчёт линейных и логарифмических индексов удерживания;
- Идентификация компонентов с использованием “гибких” библиотек пиков;
- Алгоритмы идентификации компонентов по временам удерживания, по линейным и логарифмическим индексам удерживания;
- Применение индивидуальных алгоритмов идентификации для произвольного числа отдельных участков хроматограммы;
- Выполнение идентификации в ручном и в автоматическом режиме.

7. Градуировка аналитического оборудования. Определение концентраций

- Табличная градуировка (табличное задание абсолютных или относительных коэффициентов чувствительности);
- Абсолютная многоточечная градуировка по площади и по высоте пика;
- Линейная, квадратичная и степенная аппроксимация градуировочной зависимости;
- Расчёт СКО и R-фактора аппроксимации;
- Отображение градуировочного графика для каждого пика;
- Определение относительных коэффициентов чувствительности;
- Расчёт абсолютных и относительных концентраций компонентов по площадям и по высотам пиков;
- Расчёт концентрации методом внутренней нормализации с учётом факторов отклика и коэффициента нормировки;
- Расчёт концентрации методом внутреннего и внешнего стандарта с учётом относительных факторов отклика;
- Расчёт концентрации методом абсолютной калибровки;
- Разделение компонентов на группы и расчёт групповых концентраций;
- Расчёт концентрации по формуле, определяемой пользователем;



- Расчёт концентраций осуществляется как в ручном, так и в автоматическом режиме.
- 8. Построение последовательностей сбора данных и сценариев обработки хроматограмм в автоматическом режиме**
- Создание макросов (сценариев) обработки хроматограмм, включающих элементы сглаживания и разметки хроматограмм, идентификации пиков и построения отчётов;
 - Автоматическое и ручное исполнение макросов;
 - Механизм управления ходом и событиями анализа, настраиваемый пользователем;
 - Построение последовательностей сбора данных с использованием скриптов (visual basic script, java script и другие).
- 9. Формирование протоколов измерений и отчётов**
- Постоянно открытая и изменяющаяся в реальном режиме времени таблица с информацией о пиках, включающая названия компонентов, их времена выхода, площади, высоты и концентрации, а также другие измеренные и библиотечные параметры;
 - “Быстрый” отчёт (quick report) с минимальными возможностями настройки для вывода таблицы пиков и графика хроматограммы на принтер;
 - Копирование таблицы пиков и её частей в электронные таблицы, базы данных и текстовые редакторы;
 - Копирование картинок хроматограмм и их фрагментов в виде метафайлов (*.wmf);
 - Протоколы и отчёты в среде Microsoft Word и Microsoft Excel с широкими возможностями настройки формы, содержания и дополнительных расчётов;
 - Протоколы и отчёты в формате web-страницы.
- 10. Архивы, повторная обработка и обмен хроматографической информацией**
- Автоматическое сохранение с элементами восстановления данных анализа;
 - Сохранение всех параметров регистрации и обработки хроматограмм в одном файле с измеренными данными;
 - Сохранение измеренных данных в текстовом формате;
 - Сохранение информации о пиках в текстовом формате;
 - Чтение файлов с целью повторной обработки и в качестве шаблонов-методов для новых анализов;
 - Импорт/экспорт хроматограмм из других программ.
- 11. Доступ к локальным и удалённым специализированным базам данных**
- Отдельные модули для доступа и управления специализированными базами данных с использованием средств ADO (ActiveX Data Objects) и ODBC (Open Database Connectivity);
 - Интеграция с информационной системой предприятия.
- 12. Дополнительные функции системы UniChrom**



- Детальное масштабирование и рассмотрение хроматограмм с помощью двух маркеров и “резиновой” рамки;
 - Наложение и совмещение хроматограмм;
 - Прокрутка фрагментов хроматограмм по времени и амплитуде;
 - Копирование и вставка хроматограмм, включая макросы для их обработки;
 - Параллельная работа с другими приложениями как при обработке, так и во время регистрации хроматограмм;
 - Автоматический запуск дополнительных программ и, в том числе, консольного окна, отображающего текущее состояние системы UniChrom (при необходимости);
 - Обмен данными с другими приложениями по каналу DDE (Dynamic Data Exchange);
 - Поддержка интерфейса OLE Automation (Object Linking and Embedding);
 - Справочная система.
- 13. Защита данных. Обеспечение надёжности получаемой информации**
- Защита информации от случайного вмешательства на уровне каждой отдельной хроматограммы осуществляется с помощью беспарольных “замков”;
 - Защита от несанкционированного доступа с помощью паролей и дифференциация уровней доступа обеспечиваются на уровне операционной системы;
- 14. Использование системы UniChrom в метрологическом обслуживании аналитического оборудования**
- Система UniChrom занесена в Реестр средств измерений Республики Беларусь, Российской Федерации и Украины;
 - Допускается использовать аппаратно-программный комплекс (систему) UniChrom при аттестации и поверке аналитического оборудования.
- 15. Соответствие международным стандартам**
- GLP (Good Laboratory Practice);
 - GALP (Good Automated Laboratory Practice);
 - ASTM E1947-98 Standard Specification for Analytical Data Interchange Protocol for Chromatographic Data.

1.3. Лицензионное соглашение и ограниченная гарантия

Настоящее лицензионное соглашение (далее “соглашение”) заключается между Вами (физическим или юридическим лицом) и ООО “Новые аналитические системы” (ООО “НАС”) относительно указанного выше программного продукта (далее “программа” или “программное обеспечение”), включающего в себя программное обеспечение, записанное на соответствующих носителях, любые печатные материалы и любую “встроенную” или электронную документацию. Устанавливая, копируя или иным образом используя программу, вы тем самым



принимаете условия настоящего соглашения. Если вы не принимаете условий данного соглашения, то вы не имеете права использовать данную программу, и ее следует незамедлительно вернуть обратно продавцу и получить обратно уплаченные деньги.

Лицензия на программу

Программа защищена законами и международными соглашениями об авторских правах, а также другими законами и договорами, регулирующими отношения авторского права. Программа лицензируется, а не продается.

1. Объем лицензии

Настоящее соглашение дает Вам нижеследующие права:

1.1. Использование программы

Разрешается установка на компьютере и использование одной копии программы или любой предыдущей версии. Основному пользователю компьютера, на котором установлена эта копия, разрешается также создание еще одной копии исключительно для своей работы на переносном компьютере.

1.2. Хранение и использование в сети

Разрешается хранение, установка и запуск копии программы с общедоступного устройства хранения данных (например, сервера сети). При этом для каждого компьютера, на котором установлена или запущена с сервера сети данная программа, необходимо приобрести отдельную лицензию и электронный ключ. Лицензия на программу не допускает совместного или одновременного использования программы на разных компьютерах.

2. Описание прочих прав и ограничений

2.1. Использование программы для учебных заведений

Если программа обозначена как “издание для учебных заведений”, то разрешается ее использование только в учебных целях. При этом любое другое использование программы запрещается. Чтобы определить, можете ли вы использовать программу в учебных целях, обращайтесь по адресу: ул. Грушевская, д.124, к.109, 220089, г. Минск, Республика Беларусь, ООО “Новые аналитические системы”, тел./факс: +375 (172) 26-25-17, www.unichrom.com, e-mail: unichrom@unichrom.com.

2.2. Издание “не для продажи”

Если программа обозначена как издание “не для продажи”, то независимо от остальных условий и ограничений данного соглашения вы не имеете права продавать её или каким-либо другим способом получать выгоду от передачи её третьим лицам.

2.3. Ограничения на вскрытие технологии, декомпиляцию и дизассемблирование

Не разрешается осуществлять вскрытие технологии, декомпиляцию и дизассемблирование программы, за исключением и только в той степени, в которой такие действия явно разрешены действующим законодательством, несмотря на наличие в соглашении данного ограничения.



2.4. Модификация файла исполняемого модуля

Не разрешается производить модификацию файла исполняемого модуля программы.

2.5. Изготовление копий электронных ключей

Не допускается изготовление и использование аналогов электронных ключей ООО "НАС" и замена их на иные устройства, позволяющие эксплуатировать программу в полном объеме.

2.6. Разделение программы

Программа лицензируется как единое целое. Её нельзя разделять на составляющие части для использования на нескольких компьютерах.

2.7. Прокат

Не разрешается предоставлять программу в прокат или во временное пользование;

2.8. Услуги по технической поддержке

ООО "НАС" оказывает услуги по технической поддержке программных продуктов (далее "услуги по технической поддержке"). Правила обращения и работы службы технической поддержки описаны в печатной и электронной документации ООО "НАС", а также в других материалах ООО "НАС". Любые дополнительные программы и исходные тексты, переданные вам в результате оказания услуг по технической поддержке, должны рассматриваться как составная часть программы и подпадают, таким образом, под действие ограничений и условий данного соглашения. Технические данные, которые сообщаются ООО "НАС" в ходе обращения, могут быть использованы ООО "НАС" для внутренних целей, включая техническую поддержку программных продуктов и разработку программного обеспечения. ООО "НАС" не будет использовать данные сведения в форме, раскрывающей Ваши личные сведения.

2.9. Передача программы

Разрешается навсегда уступить все свои права по настоящему соглашению только вместе с продажей или передачей компьютера при условии, что вы не сохраняете никаких копий, передаете всю программу (включая все составные части, носители и печатные материалы, любые обновления, настоящее соглашение и сертификаты подлинности, если таковые имеются), а получатель соглашается на условия данного соглашения. Если программа является обновлением ("upgrade"), то любая передача должна включать в себя все предыдущие версии программы.

2.10. Прекращение действия соглашения

Без ущерба для любых других своих прав ООО "НАС" может прекратить действие настоящего соглашения при несоблюдении условий и ограничений данного соглашения, что обяжет вас уничтожить все имеющиеся копии и составляющие части программы.

3. Обновление программного обеспечения

Если программа является обновлением другого программного обеспечения, для получения обновления необходимо иметь лицензию на программу, для которой ООО "НАС" предоставляет обновление программного



обеспечения. Программа, являющаяся обновлением другой программы, заменяет или дополняет обновляемую программу. Полученную в результате обновления программу разрешается использовать только в соответствии с настоящим соглашением. Если программа является обновлением составной части пакета программ, на который Вы получили лицензию как на единый продукт, то разрешается использовать и передавать её только как неотъемлемую составную часть этого единого пакета и не разрешается отделять её для использования на нескольких компьютерах.

4. Авторское право

Все права собственности и авторские права на программу (в том числе любые включенные в нее управляющие программы (applets), графические изображения, фотографии, анимации, видео- и звукозаписи, музыку и текст), сопровождающие её печатные материалы и любые копии программы принадлежат ООО "НАС" и его поставщикам. Все права ООО "НАС" на программу защищены законами и международными соглашениями об авторских правах, а также другими законами и договорами, регулирующими отношения авторского права. Следовательно, с программой необходимо обращаться, как с любым другим объектом авторского права, с тем лишь исключением, что программу разрешается установить на один компьютер и сохранить оригинал при условии, что он будет использоваться только как архив или резервная копия. Копирование сопровождающих программу печатных материалов запрещено.

5. Различные носители программы

Программа может поставляться на нескольких видах носителей. Независимо от их вида и ёмкости разрешается использовать только носители одного вида, который соответствует именно вашему компьютеру или серверу сети. Не разрешается производить установку с прочих носителей на другие компьютеры, предоставлять носители в прокат или во временное пользование или уступать их для использования в иных целях, за исключением случая полной передачи программного обеспечения, описанного выше.

6. Ограниченная гарантия

Программное обеспечение поставляется "как есть", с отрицанием гарантий любого рода, кроме упомянутых в данном документе, насколько это допускается законодательством страны применения.

6.1. Гарантия отсутствия дефектов носителя информации

При наличии дефектов фирма-поставщик обязана произвести бесплатную (за исключением ваших почтовых расходов) замену носителя.

6.2. Ошибки программы

Ошибки, неадекватное поведение или непригодность программного обеспечения для решения каких-либо стоящих перед вами задач не могут являться основанием для предъявления финансовых претензий к ООО "НАС", за исключением 100% компенсации в случае возврата полного комплекта приобретённого аппаратно-программного комплекса в месячный срок (в случае его приобретения напрямую через ООО "НАС"). Компенсация расходов по установке, наладке, командировочных и иных расходов сверх преysкурантной стоимости



программы, а также индексация суммы по курсу доллара при возвращении денег не производится.

6.3. Отсутствие ответственности за убытки пользователя

ООО «НАС» не несёт финансовой ответственности за убытки пользователя, которые он понёс вследствие применения (невозможности применения, неправильного применения) программы или вследствие её ошибок, включая упущенную выгоду, потерю информации и любые другие потери.

6.4. Санкции

Максимальный размер финансовых претензий к ООО «НАС» не может превышать стоимости программы.





2. Установка и настройка



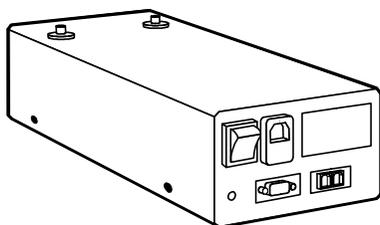


2.1. Начальные операции

Начальные операции по установке и настройке системы UniChrom включают:

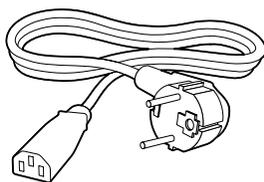
- распаковку и проверку соответствия комплектности аппаратных и программных средств системы UniChrom;
- подготовку компьютерного оборудования для установки системы UniChrom.

2.1.1. Распаковка и проверка комплектности



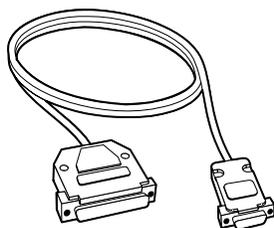
1) Блок аналого-цифрового преобразователя ADC L-net

Количество блоков и их конфигурация (число и тип каналов) должны соответствовать спецификации.



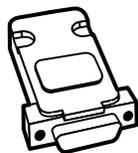
2) Сетевой шнур

Количество сетевых шнуров должно соответствовать числу блоков ADC-L-net. Длина шнуров не менее одного метра.



3) Кабель линии RS-232

Количество, вариант исполнения и длина кабелей линии RS-232 должны соответствовать спецификации. В случае отсутствия соответствующих пунктов в спецификации при наличии в комплекте поставки блоков ADC L-net, поставляется один кабель стандартного исполнения длиной 3 метра.



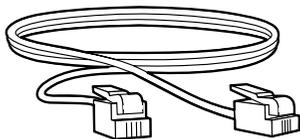
4) «Заглушка» линии RS-232

Предназначена для модуля, включаемого в сеть L-net и не связанного напрямую с компьютером. Количество «заглушек» должно соответствовать числу кабелей линии RS-485.



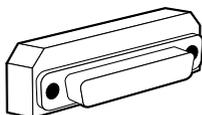
5) Кабель линии RS-485

Кабель телефонного типа для подключения блока ADC L-net в лабораторную сеть L-net. Количество и длина кабелей линии RS-485 должны соответствовать спецификации. В случае отсутствия соответствующих пунктов в спецификации, поставляются кабели длиной 5 метров в количестве n , определяемом формулой: $n = N - N_f$, где N – общее число модулей, входящих в поставку, N_f – число модулей, подключаемых к компьютеру по линии RS-232.



6) Установочные 3½" дискиеты

Наличие набора дискет для установки дополнительного программного обеспечения системы UniChrom определяется спецификацией.



7) Электронный ключ

Устройство защиты программного обеспечения системы UniChrom в одном экземпляре.

8) Комплект документации

Включает Руководство пользователя (всегда), а также Паспорт и Методику поверки системы UniChrom при наличии в комплекте поставки блоков ADC L-net.



2.1.2. Подготовка компьютерного оборудования

Программные модули системы UniChrom являются 32-разрядными приложениями для Windows, разработанными в среде Win32 API (application



programming interface), и предназначены для работы на компьютерах с операционными системами:

- Windows 95™, Windows 98™ или
- Windows NT™, Windows 2000™, Windows XP™.

Компьютерное оборудование не входит в стандартный комплект поставки системы UniChrom и устанавливается пользователем самостоятельно. При этом пользователь обязан обеспечить:

- соответствие конфигурации компьютерного оборудования требованиям одной из перечисленных выше операционных систем;
- установку и настройку данной операционной системы на оптимальный режим работы;
- наличие Windows-совместимого принтера;
- наличие привода гибких магнитных дисков 3½" и/или CD для установки программного обеспечения системы UniChrom;
- наличие свободных последовательных портов типа RS-232 для подключения аналитического оборудования;
- установку программ Microsoft Excel, Microsoft Word, Microsoft Access и драйверов для работы с ODBC (Objects Database Connectivity) и ADO (ActiveX Data Objects).

2.2. Установка и подключение оборудования

Внимание!

При установке, подключении и использовании оборудования выполняйте общие меры предосторожности.

2.2.1. Общие меры предосторожности

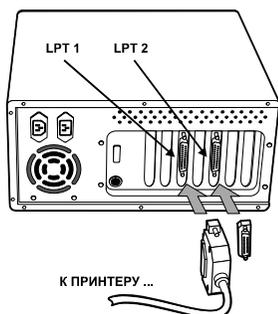
Во избежание пожара или поражения электрическим током не подвергайте установки, приборы и устройства (далее “приборы” или “оборудование”) воздействию дождя или сырости. Не вскрывайте корпуса приборов. Техническое обслуживание оборудования должно производиться только специалистами.

- Убедитесь, что рабочие напряжения приборов соответствуют параметрам электросети.
- В случае попадания внутрь корпуса какого-либо прибора посторонних предметов отключите этот прибор от сети и не пользуйтесь им до тех пор, пока он не будет проверен специалистом.

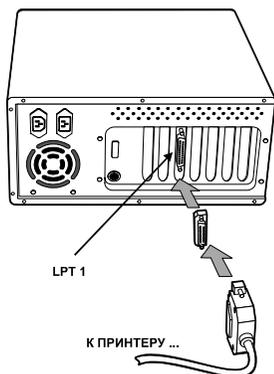


- Приборы остаются не отключенными от сети до тех пор, пока их шнур питания остаётся подсоединённым к розетке, даже если сами приборы при этом выключены.
- Если предполагается не использовать приборы в течение долгого времени, отсоедините их шнуры питания от сети. При этом используйте вилку, а не провод.
- Все действия по установке и подключению выполняйте при отключенном питании всего используемого оборудования.
- Убедитесь в наличии и правильности заземления всего комплекса оборудования.
- При работе с приборами, руководствуйтесь их инструкциями по эксплуатации.

2.2.2. Установка электронного ключа и подключение принтера



А. Установите электронный ключ защиты программного обеспечения системы UniChrom в свободный принтерный порт компьютера – параллельный порт стандарта IEEE-1284 с разъёмом типа В (D25). Подключите принтер ко второму свободному порту в соответствии с инструкциями к принтеру.



В. Если компьютер снабжён только одним параллельным портом, подключите принтер к компьютеру через электронный ключ, используя стандартный кабель, который входит в комплект поставки принтера.

Неправильное заземление компьютерного оборудования, а также установка и отсоединение электронного ключа при включенном компьютере и (или) принтере способствует быстрому выходу из строя электронного ключа.



2.2.3. Установка и подключение измерительного оборудования

Установка и подключение измерительного оборудования в каждом конкретном случае носит индивидуальный характер и рассматривается отдельно в приложениях и в сопроводительной документации к соответствующим устройствам.

2.3. Установка и настройка программы

Программное обеспечение системы UniChrom поставляется в виде инсталляционных файлов на следующих стандартных носителях:

- гибкие магнитные диски 3½" (далее дискеты) ёмкостью 1,44 мегабайта каждый;
- компакт-диски типа CD-ROM (compact-disk – read only memory).

Программное обеспечение распространяется через Internet и доступно на Web-странице www.unichrom.com.

Объём, занимаемый инсталляционными файлами, не превышает 3 мегабайт.

Программное обеспечение системы UniChrom в распакованном виде требует не более 4 мегабайт свободного пространства на жёстком диске.

Установка программного обеспечения производится как напрямую со стандартных носителей, указанных выше, так и с файлового сервера или из общей папки, куда предварительно скопированы инсталляционные файлы программы.

Программное обеспечение может удаляться и переустанавливаться повторно.

Выполните установку и настройку программного обеспечения системы UniChrom в соответствии с нижеследующими инструкциями.

2.3.1. Установка программного обеспечения

- 1) Ознакомьтесь с содержимым файла readme.txt. Файл readme.txt обычно содержит сведения по установке и настройке программного обеспечения системы UniChrom, включая информацию о возможных последних модификациях и изменениях, внесённых в программу установки.
- 2) Запустите программу установки setup.exe и следуйте указаниям, которые будут появляться на экране.

Программа установки, в процессе своего исполнения, попросит:

- указать путь, куда будут копироваться файлы программного обеспечения системы UniChrom, предлагая по умолчанию папку "C:\UniChrom";
- вставить следующий дистрибутивный диск или указать путь к нему, если файлы инсталляции разделены на диски (Disk #1, Disk #2, и т. д.).

По завершении своего исполнения, программа установки предложит запустить редактор конфигурации системы UniChrom и выполнить настройку



программного обеспечения. Вы можете отказаться и выполнить настройку позже, но обязаны выполнить её до первого измерения.

В процессе инсталляции компьютер автоматически распознаёт, распаковывает и копирует файлы программного обеспечения системы UniChrom в указанную папку, обновляет системное меню и добавляет ярлык (shortcut) **UniChrom for Windows' 95 & NT** на рабочем столе Windows следующего вида:



Используйте данный ярлык в дальнейшем для быстрого запуска программы системы UniChrom.

2.3.2. Настройка на работу с аналитическим оборудованием

- 1) Закройте программу **UWin32.exe**⁶.
- 2) Запустите программу **se.exe** – редактор конфигурации системы UniChrom. Редактор конфигурации при установке программного обеспечения системы UniChrom ставится в ту же папку, что и главный исполняемый модуль системы UniChrom.
- 3) Перетащите значок, соответствующий вашему устройству, из области доступных устройств в область установленных (из правой панели в левую). Если данное устройство было установлено ранее и его значок уже лежит на левой панели редактора, то можно пропустить этот пункт.

Обозначения устройств в системе UniChrom следующие:

Значок устройства	Пояснение	Значок устройства	Пояснение
 Кристалл-2000 (Crys2000.inf)	Хроматограф "Кристалл 2000M"	 AquilADC (aquiladc.inf)	Аналого-цифровой преобразователь фирмы "Аквилон"

⁶ UWin32.exe – главный исполняемый модуль системы UniChrom.



Значок устройства	Пояснение	Значок устройства	Пояснение
	Хроматограф "Кристалл 5000.1"	 Стайер-LNet (marathon.inf)	Комплекс на базе хроматографа "Стайер" и аналого-цифрового преобразователя ADC L-net
 КристалЛюкс-... (crys4000.inf)	Хроматограф "Кристаллюкс-4000"	 LNet (lnet.inf)	Аналого-цифровой преобразователь ADC L-net
 HP5890 (hp5890.inf)	Хроматографы HP 4890/5890	 Counter (counter.inf)	Преобразователь типа "ГУН" с компьютерной платой счётчика импульсов
 HP6890 (hp6890.inf)	Хроматограф HP 6890	 SoundBlaster (sbwin32.inf)	Звуковая карта (SoundBlaster)
 Цвет-800 (chrom800.inf)	Хроматограф "Цвет-800"	 MLC-16 (mlcwin32.inf)	Аналого-цифровой преобразователь "МультиХром-16"
 Lnet-800 (lnet800.inf)	Комплекс на базе хроматографа "Цвет-800" и аналого-цифрового преобразователя ADC L-net	 MLC-24 (mlc98_32.inf)	Аналого-цифровой преобразователь "МультиХром-24"
 БПГ-167 LNet (chrom500.inf)	Комплекс на базе хроматографа "Цвет-500", блока управления температурами ТСВ и аналого-цифрового преобразователя ADC L-net	 E-24 (e24.inf)	Аналого-цифровой преобразователь фирмы "L-Card"



Значок устройства	Пояснение	Значок устройства	Пояснение
 GC-17A (gc17a.inf)	Хроматограф GC-17A	 Capel-103 (kapel.inf)	Система капиллярного электрофореза Капель-103
 Fluorat-02-2M (fluo02.inf)	Спектрофотометрический детектор для жидкостной хроматографии Флюорат-02-2M	 Milichrom-5 (milichrom.inf)	Жидкостной хроматограф Милихром-5
		 Milichrom A-02 (milichrom.inf)	Жидкостной хроматограф Милихром А-02

- 4) Дважды щелкните значок установленного устройства на левой панели и отредактируйте параметры данного устройства. Все внесённые изменения будут автоматически сохранены в редакторе при закрытии окна **Параметры устройства**.
- 5) Повторите п.п. 3 и 4 для всех устройств, с которыми будете работать.
- 6) Закройте редактор конфигурации. При закрытии редактора конфигурации автоматически будут установлены драйверы выбранного оборудования и произойдёт регистрация (или перерегистрация в случае повторной настройки) устройств в следующей ветви реестра Windows:

HKEY_LOCAL_MACHINE\SOFTWARE\New Analytical Systems\UniChrom

2.3.3. Обновление программного обеспечения UniChrom через Интернет

Используйте следующий Интернет-адрес для доступа к самой последней версии программного обеспечения системы UniChrom: <http://www.unichrom.com/>

Инсталляционные файлы с указанной Web-страницы поставляются в виде архива ucinst*.zip, где символ * обозначает первую букву названия языка дистрибутива (B – Belarusian, R – Russian, D – Deutsch, E – English, F – French, U – Ukraine).

Распакуйте архив и произведите установку и настройку программного обеспечения в соответствии с выше приведенными инструкциями.



2.3.4. Удаление программного обеспечения UniChrom

- 1) Нажмите кнопку **Пуск** в Windows , установите указатель на пункт **Настройка** и выберите команду **Панель управления**.
- 2) Дважды щелкните значок **Установка и удаление программ** .
- 3) Выберите пункт **UniChrom for Windows' 95 & NT** на вкладке **Установка/удаление**, а затем нажмите кнопку **Добавить/Удалить**.

2.3.5. Разрешение вопросов по установке и настройке программы

Если возникают вопросы или проблемы, не рассмотренные ниже, обратитесь к поставщику системы UniChrom или к ООО "Новые аналитические системы" для получения консультаций.

Симптомы	Действия по устранению
Не читается дистрибутивный диск.	<ul style="list-style-type: none">• Проверьте работоспособность привода. Если причина в приводе, используйте другой дисковод;• Если причина не в дисковом, обратитесь к поставщику для замены установочных дисков.
Программа установки не запускается.	<ul style="list-style-type: none">• Неправильно установлена операционная система, отсутствуют системные файлы поддержки установки. Переустановите Windows.
Программа установки сообщает об отсутствии некоторых файлов.	<ul style="list-style-type: none">• Установочные файлы разбиты на части. Вставьте следующую установочную дискету в дисковод или укажите путь к следующей части установочных файлов.
Устройства не устанавливаются редактором конфигурации.	<ul style="list-style-type: none">• Повреждены установочные профили устройств (файлы с расширением *.inf). Обратитесь к поставщику для замены установочных дисков.
В редакторе конфигурации отсутствуют некоторые значки устройств.	<ul style="list-style-type: none">• Драйверы устройств поставляются в соответствии со спецификацией договора. Проверьте соответствие имеющихся драйверов устройств спецификации договора.

2.4. Редактор конфигурации системы UniChrom

Редактор конфигурации системы UniChrom (Configuration Editor) входит в состав пакета стандартного программного обеспечения системы UniChrom и поставляется в виде отдельного исполняемого модуля – **ce.exe**.

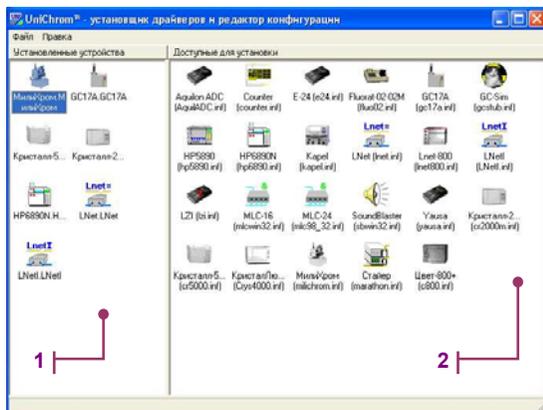
Программа предназначена для:

- установки и удаления драйверов устройств;
- настройки параметров устройств;
- регистрации устройств в системном реестре.

2.4.1. Внешний вид

Рис. 3. Рабочая область программы редактора конфигурации

1 – значки, отображающие установленные устройства; 2 – список устройств, доступных для установки.



Устройство считается установленным и готовым к работе в системе UniChrom, если установлены драйверы данного устройства и оно зарегистрировано в системном реестре.

2.4.2. Установка инструмента

Для установки хроматографического инструмента перетащите его значок из правой панели в левую. В левой панели должен появиться такой же значок с подписью, состоящей из названия и типа инструмента, разделённых точкой.

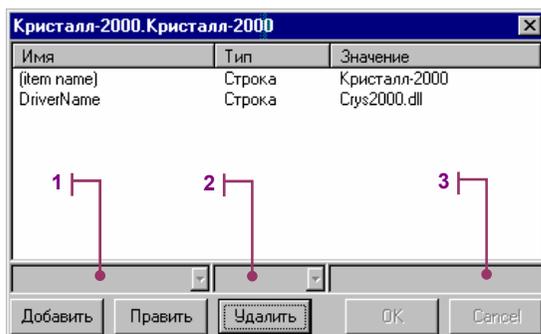
2.4.3. Удаление инструмента

Для удаления хроматографического инструмента перетащите его значок из левой панели в правую. Значок в левой панели должен исчезнуть.

2.4.4. Настройка параметров

Для настройки параметров установленного инструмента дважды щёлкните на его значок в левой области редактора. Появится окно **Параметры устройства** для данного инструмента. Используйте это диалоговое окно для добавления, удаления и правки параметров выбранного устройства (Рис. 4).

Рис. 4. Внешний вид диалогового окна настройки параметров устройства
1 – ввод имени параметра; 2 – выбор типа; 3 – редактирование значения.



Примеры настроек параметров устанавливаемого оборудования приведены ниже.

2.4.4.1. Добавление параметра

- 1) Нажмите кнопку **Добавить**;
- 2) Введите имя параметра в поле **ввод имени параметра** или выберите его из списка, нажав кнопку в этом поле;
- 3) Задайте тип параметра в поле **выбор типа**;
- 4) Введите значение параметра в поле **редактирование значения**;
- 5) Нажмите кнопку **ОК** для подтверждения добавления или кнопку **Cancel** для отмены добавления.

2.4.4.2. Правка параметра

- 1) Выберите параметр в графе **Имя** списка параметров;
- 2) Нажмите кнопку **Править**;
- 3) Измените значение параметра в поле **редактирование значения**;



- 4) Нажмите кнопку **OK** для подтверждения изменения или кнопку **Cancel** для отмены изменения.

2.4.4.3. Удаление параметра

- 1) Выберите параметр в графе **Имя** списка параметров;
- 2) Нажмите кнопку **Удалить**.

2.4.4.4. Описание параметров (item name) DriverName, DriverFreq, ComName

Все устройства, поддерживаемые системой UniChrom, имеют два основных параметра: название устройства (**item name**) и имя драйвера **DriverName**. Эти параметры в редакторе защищены от удаления и их можно только модифицировать.

Название устройства (**item name**) представляет собой строковый параметр, значение которого определяется пользователем с целью присвоения устройству уникального названия. По умолчанию название устройства соответствует типу устройства. Если название задать пустой строкой, то установленное устройство будет выключено.

Имя драйвера **DriverName** определяет имя файла с расширением *.dll (Dynamically Linking Library), который обеспечивает поддержку данного устройства в системе UniChrom. Файл устанавливается в папку, определённую в установочном профиле устройства (*.inf). Если путь к файлу изменён, то в **DriverName** необходимо указать полный путь к данному файлу.

Частота сбора данных **DriverFreq**. Данный параметр должен быть определён для каждого устройства. Это строковый параметр, значение которого устанавливается в соответствии с сопроводительной документацией к конкретному типу устройства. Если частота задаётся числом не целого типа, то в качестве десятичного разделителя необходимо использовать символ точки.

В системе UniChrom коммуникационные порты, к которым подключены устройства, распознаются автоматически. Однако если алгоритм автоматического детектирования не устраивает или используются несколько устройств одного типа, имя порта можно задать «жёстко», добавив параметр **ComName**. Это строковый параметр, имеющий стандартные значения типа "**COMn**", где **n** – номер порта.

2.5. Конфигурация газохроматографического оборудования в системе UniChrom

Мы стремимся, чтобы наш программный продукт был универсальным средством управления для ГХ приборов. Для достижения возможности работы в едином стиле с разными приборами был разработан пользовательский интерфейс (окно управления, модель хроматографа, если хотите), который позволяет не только создать метод безотносительно к конструкции прибора, но также перемещать метод между хроматографами разных типов и марок.



В основу представления газового хроматографа в системе UniChrom положено предположение о том, что абстрактный (“идеальный”) хроматограф имеет в наличии следующие части:

Наименования части прибора	Количество таких частей
Термостат	1
Инжектор (устройство ввода пробы)	2
Детектор (устройство регистрации сигнала пробы)	2
Автоматический дозатор газовой или жидкой пробы	1

Каждая из таких частей называется “зоной регулирования”⁷, которая содержит один или несколько “объектов регулирования”⁸. Каждый из объектов регулирования может быть программируемым⁹, читаемым, записываемым либо все вместе и сразу. Поведение каждого из объектов регулирования зависит от конструкции прибора.

Абстрактный (“идеальный”) ГХ прибор для каждой из своих зон регулирования предоставляет следующие объекты регулирования:

Наименования зоны	Объекты регулирования
Термостат	Температура термостата
Испаритель 1	Температура испарителя 1 Расход (давление) газа носителя 1 Расход сброса ¹⁰ (split) газа носителя 1 Расход газа 1 для обдува перегородки (septum)
Испаритель 2	Температура испарителя 2 Расход (давление) газа носителя 2 Расход сброса (split) газа носителя 2 Расход газа 2 для обдува перегородки (septum)
Детектор 1	Температура детектора 1 Расход газа поддува (makeup) для детектора 1 Расход водорода для пламенного детектора 1 Расход воздуха для пламенного детектора 1

⁷ Зона регулирования (например – “Детектор 1” – это зона регулирования)

⁸ Объект регулирования (например, у зоны “Детектор 1” есть три регулятора расхода газов и один регулятор температуры)

⁹ Значение параметра, например температуры, программируемого объекта зоны регулирования может меняться по заданной непрерывной ломанной кривой во время исполнения метода. Например, у зоны “Испаритель 1” может быть программируемое давление газа носителя.

¹⁰ Сброс газа носителя при работе с делением потока.

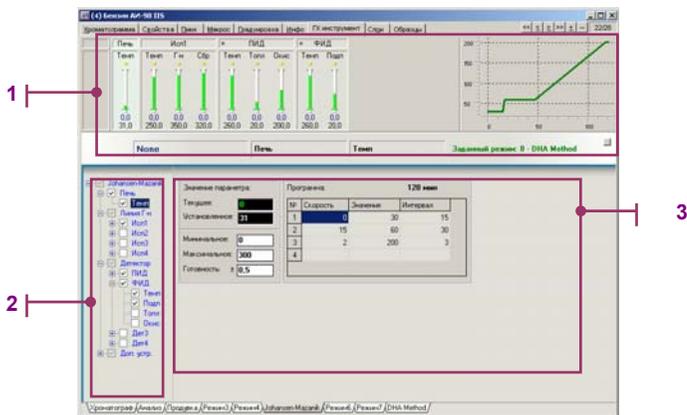
Наименования зоны	Объекты регулирования
Детектор 2	Температура детектора 2 Расход газа поддува (makeup) для детектора 2 Расход водорода для пламенного детектора 2 Расход воздуха для пламенного детектора 2

2.5.1. Общий подход к работе с газовыми хроматографами любого типа

Контроль и управление газовыми хроматографами в программе UniChrom осуществляется в окне спектра хроматограмм на странице **ГХ инструмент**. Страницу ГХ инструмент формально можно разбить на три основных элемента:

Рис. 5. Основные элементы страницы “ГХ инструмент” в окне спектра хроматограмм программы UniChrom

1 – панель регуляторов хроматографа; 2 – Древовидная конфигурация прибора (панель регуляторов в виде дерева; 3 – Установки для выбранного регулятора.



Панель регуляторов хроматографа компактно отображает текущее состояние всех температурных и газовых регуляторов прибора одновременно. Позволяет быстро одним щелчком мыши переходить от настроек одного регулятора к настройкам другого.

Панель регуляторов в виде дерева отображает конфигурацию прибора, его основные зоны и регуляторы. Также позволяет осуществлять переход от одного регулятора к другому.

Панель установок для выбранного регулятора позволяет задавать минимальное и максимальное значение параметра (температура, расход, давление и пр.), диапазон готовности параметра, значение параметра и программа для него. Для газовых регуляторов задаётся тип газа. Если выбранный регулятор является

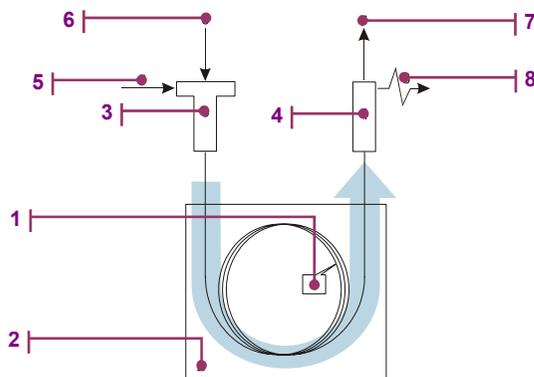
регулятором газа-носителя, то панель позволит задать режим работы регулятора (расход, давление, скорость, поток через колонку).

2.5.1.1. Систематизация регуляторов газового хроматографа

Все газовые хроматографы от момента своего рождения и по сегодняшний день включают в себя обязательный набор специализированных структурных элементов. Простейшая структура газового хроматографа представлена на Рис. 6:

Рис. 6. Простейшая структура газового хроматографа

Основным элементом в газожидкостной хроматографии является разделительная хроматографическая колонка (1). Колонка размещается в термостате (2) хроматографа, подключается к входному каналу (3) и к детектору (4). Проба (6), движимая по колонке газом-носителем (5) разделяется на индивидуальные компоненты, которые детектируются по изменению сигнала (8). Обработанные газы (7) выходят из детектора в атмосферу.



Разделительные хроматографические колонки бывают трёх типов: набивные, макро капиллярные и капиллярные. Набивные колонки, как правило, изготавливают из стекла или металла. Они короткие (длина варьирует от 1 до 6 м) и толстые (диаметр - от 2 до 6 мм). Набивные колонки заполняются твёрдым веществом с активной развитой поверхностью, которое называется твёрдой фазой. Макро капиллярные колонки выполняют также из стекла или металла. Их длина может достигать 100 м при диаметре ~1 мм. Капиллярные колонки длиной до 100 м и выше и диаметром не более 0,5 мм изготавливают из кварцевого стекла и покрывают специальным жаростойким лаком для придания им прочности и гибкости в широком диапазоне температур. На внутреннюю поверхность макро капиллярных и капиллярных колонок наносят тонкий слой (плёнку) вещества, называемую неподвижной жидкой фазой. Часто разделительные хроматографические колонки называют просто колонками. Проба по колонке переносится газом-носителем.

Разделение пробы на индивидуальные компоненты осуществляется за счёт процессов адсорбции и десорбции. Разделительная способность зависит от скорости газа носителя и температуры колонки. Поэтому колонки помещают в термостат, где поддерживаются определённые температурные условия.

Входной канал (inlet) по определению представляет собой систему закачки пробы в разделительную колонку. Проба в газовой фазе переносится газом-носителем. По этой причине в трубу входного канала (injection region) вместе с пробой под давлением должен подаваться газ-носитель. Давление и расход газ-носителя устанавливаются соответствующими регуляторами давления и регуляторами расхода газа. Входной канал может обогреваться с целью предотвращения конденсации пробы на внутренней поверхности входной трубы. В случае жидких проб, входной канал должен подогреваться до температур, соответствующих температурам кипения анализируемых смесей. В этом случае входной канал выполняет ещё и роль испарителя пробы. Поэтому часто его так и называют – испаритель.

Детектор в газовой хроматографии представляет собой устройство, устанавливаемое на выходе из колонки, для обнаружения компонентов пробы. Детектор формирует электрический сигнал (напряжение или ток), величина которого в общем случае не линейно зависит от концентрации компонентов анализируемой пробы. Детектор, также как и испаритель, является обогреваемым элементом газового хроматографа. Детекторы обогревают для предотвращения конденсации компонентов пробы на внутренней поверхности устройства. «Грязь» в детекторе это один из источников шума, который уменьшает предел детектирования. Обычно температура детектора должна быть на 5-10° больше температуры колонки.

Таким образом, уже в простейшей конфигурации хроматографа можно выделить три нагреваемые зоны прибора: испаритель, детектор и термостат. В каждой такой зоне находится по одному температурному регулятору.

Газовые регуляторы прибора по их назначению и другим отличительным особенностям можно отнести к определённой зоне хроматографа. Так, в нашем простейшем случае, газ-носитель движется по колонке, которая находится в термостате, но регулятор, задающий скорость газа, устанавливается перед испарителем. Он поддерживает определённое давление в испарителе на входе в колонку. Поэтому регулятор газа-носителя лучше всего отнести к зоне испарителя

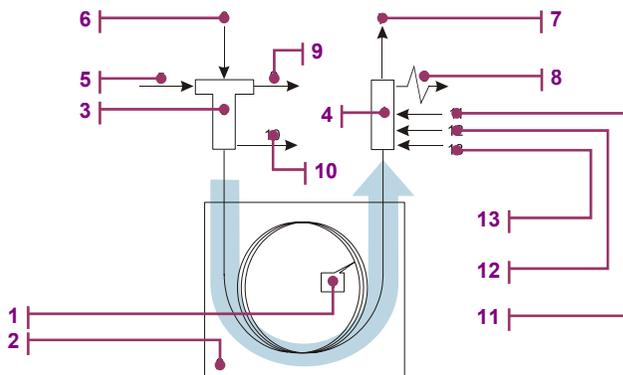
Рис. 7. Основные зоны и регуляторы хроматографа в минимальной конфигурации



Рассмотрим схему с капиллярной колонкой и пламенно-ионизационным детектором:

Рис. 8. Схема хроматографа с капиллярной колонкой и пламенно-ионизационным детектором.

1 – колонка; 2 – термостат хроматографа; 3 – испаритель; 4 – детектор; 5 – газ-носитель; 6 – проба; 7 – отработанные газы; 8 – сигнал детектора; 9 – обдув мембраны; 10 – сброс пробы (деление потока); 11 – подпитка; 12 – водород; 13 – воздух.



Здесь добавилось пять газовых регуляторов: поток сброса, поток обдува мембраны (резиновой прокладки), подпитка детектора, расход водорода и воздуха. Первые два потока отнесены к зоне испарителя, а остальные – к зоне детектора.

Рис. 9. Основные зоны и регуляторы хроматографа в конфигурации “Капиллярная колонка – ПИД”

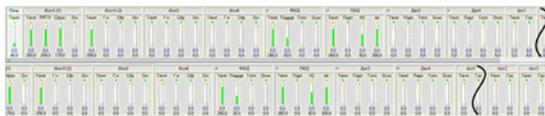
Зона термостата	Зона испарителя	Зона детектора
Регулятор температуры термостата колонки	Регулятор температуры испарителя	Регулятор температуры детектора
	Регулятор газа-носителя	Регулятор подпитки детектора
	Регулятор сброса пробы	Регулятор расхода водорода
	Регулятор потока обдува мембраны	Регулятор расхода воздуха

Приведенная на Рис. 9 конфигурация является максимально полной. Более трёх газов на один испаритель не устанавливают. Точно также не делают более трёх газов на один детектор. Все встречающиеся на практике конфигурации хроматографов строятся из указанных выше блоков.



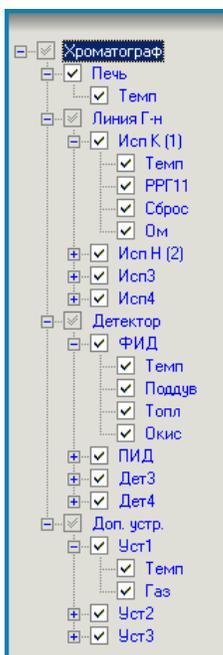
Программа UniChrom v.4.5 в общем случае поддерживает работу хроматографов с четырьмя испарителями и четырьмя комбинированными детекторами.

Рис. 10. Панель регуляторов хроматографа



Панель регуляторов хроматографа состоит из 12-ти нагреваемых зон и содержит **программные регуляторы**, которые при подключении программы UniChrom к прибору связываются с физическими регуляторами прибора, отображают их текущее состояние (установленные и измеренные значения, состояния готовности и пр.) и позволяют задавать новые установки для каждого отдельного физического регулятора.

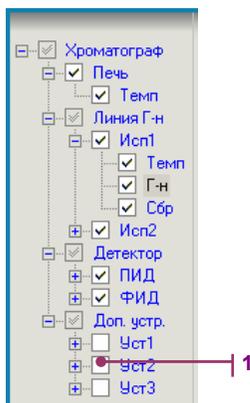
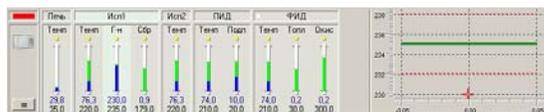
Рис. 11. Панель регуляторов в виде дерева



Существуют приборы с дополнительными (не стандартными) зонами нагрева и газовыми потоками. Для поддержки таких дополнительных устройств в UniChrom v.4.5 добавлены три вспомогательных зоны с одним температурным и одним газовым регулятором.

Рис. 12. Физические регуляторы прибора

1 – метка “Скрыть / Показать” регулятор на панели регуляторов хроматографа.



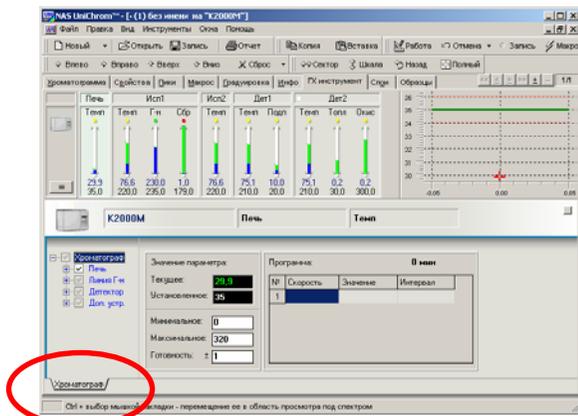
В большинстве случаев количество программных регуляторов больше чем количество физических регуляторов прибора. При подключении программы к прибору несуществующие программные регуляторы прячутся. Спрятать или показать программные регуляторы можно в любой момент времени одним щелчком левой кнопки мыши в указанную на Рис. 12 область панели регуляторов. Будучи скрытыми, регуляторы продолжают нормально работать, выполняя заданные пользователем установки.

2.5.1.2. Режимы работы хроматографа

Страница ГХ инструмент представляет собой книгу режимов работы хроматографа. Режим хроматографа это метод, по которому он работает. Режим задаёт настройки регуляторов прибора. По умолчанию, когда создаётся новое окно спектра хроматограмм (не по шаблону), книга режимов содержит только одну страницу **Хроматограф**.



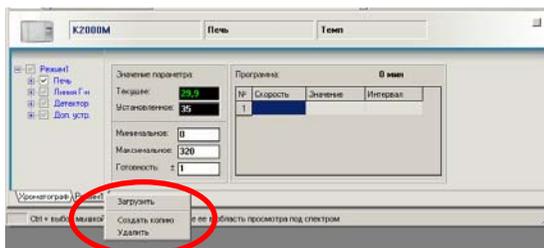
Рис. 13. Страница “Хроматограф”



На странице **Хроматограф** всегда отображается текущее состояние прибора. То есть данные через определённые промежутки времени вычитываются из прибора и отображаются на данной странице. Если на этой странице изменить какую-либо настройку, это сразу уйдёт в хроматограф.

При нажатии правой кнопкой мыши на закладку **Хроматограф**, появляется всплывающее меню с тремя пунктами: “Загрузить”, “Создать копию” и “Удалить”. Такое меню появляется при нажатии правой кнопкой мыши на любую закладку книги режимов:

Рис. 14. Загрузка, добавление и удаление режимов работы хроматографа



Пункт “Создать копию” добавляет новую страницу “Режим...” в книгу режимов как копию указанного метода. Это сделано с целью, чтобы не задавать заново настройки для всех регуляторов. На вновь созданной странице достаточно изменить только несколько параметров, например, программу температуры колонки или программу для газового регулятора и др.

Все операции по редактированию методов за исключением редактирования метода “Хроматограф” не посылают команд в сам прибор. То есть

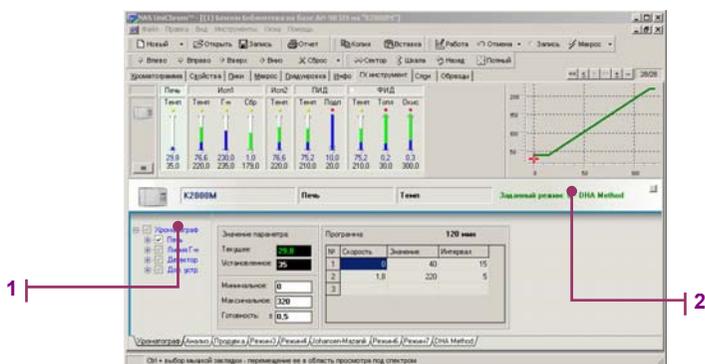


для всех режимов, кроме режима **Хроматограф**, можно спокойно изменять настройки и не бояться, что ошибочно введённые настройки попадут в прибор.

Загрузка выбранного метода в прибор осуществляется выбором пункта меню “Загрузить”. Об успешной загрузке метода сообщает сам прибор на своём дисплее (если, конечно, такой дисплей имеется). Загруженные данные от прибора попадают на страницу **Хроматограф**, где также можно проконтролировать загрузку метода.

Рис. 15. Информация о заданном режиме работы хроматографа

1 – для изменения названия режима можно щёлкнуть по его названию на панели конфигурации прибора; 2 – кроме этого информация о загруженном методе содержится здесь.



Все режимы хранятся вместе со спектром хроматограмм в одном файле. Режим **Хроматограф** не сохраняется, так как при открытии файла настройки регуляторов на этой странице забываются настройками из заданного метода.

Если хроматограммы были сохранены с каким-либо заданным методом, то при открытии файла хроматограмм и подключении к прибору автоматически в хроматограф передаются сохранённые настройки заданного метода.

2.5.1.3. Температурные регуляторы

Для всех регуляторов, в том числе и температурных, в программе UniChrom v.4.5 задаются значения следующих параметров:

- Минимальное значение. Определяется возможностями физических регуляторов. По умолчанию минимальное значение температуры обогреваемой зоны, которую может установить прибор, принимается равным нулю. Как правило, в самих приборах такой параметр не задаётся. В UniChrom минимальное значение температуры можно использовать для отображения некритической аварии. Если, например, установить минимальное значение для температуры термостата колонок равным 50, то при остывании термостата по каким-либо причинам ниже указанной температуры, индикатор готовности изменит



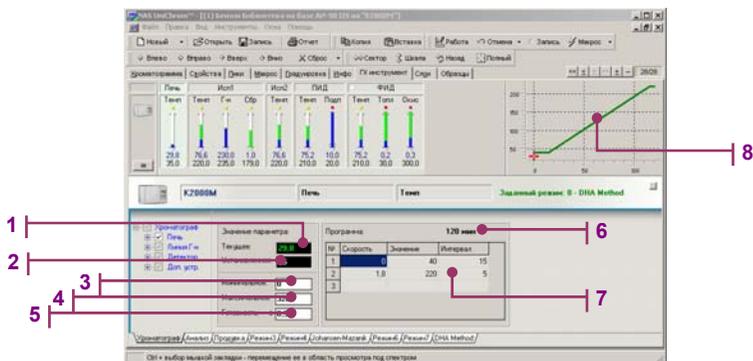
цвет на красный. При программировании регулятора невозможно установить значение температуры меньше минимального значения;

- Максимальное значение. Определяется возможностями физических регуляторов. Максимальное значение температуры термостата определяется также возможностями хроматографической колонки. При превышении температуры термостата над максимальным значением индикатор готовности регулятора изменит цвет на красный. Современные приборы позволяют задавать этот параметр с целью предотвращения критического перегрева. При программировании регулятора невозможно установить значение температуры больше максимального значения;
- Готовность. Большинство современных хроматографов контролируют готовность какого-либо параметра по такому критерию, чтобы модуль разности измеренного и установленного значения параметра не превышал диапазона готовности. Не все приборы принимают эту установку от компьютера. Если приборы поддерживают такие настройки (см. описание к хроматографу), то изменение готовности регулятора перепрограммирует физический регулятор прибора. Готовность в программе влияет на цвет индикатора готовности, как отдельного регулятора, так и прибора в целом. Не всегда готовность в программе соответствует готовности прибора. У хроматографа может задаваться время ожидания, которое отсчитывается после выхода на режим всех регуляторов. По истечении этого времени хроматограф приходит в готовность, а программа будет показывать готовность сразу после выхода на режим всех регуляторов;
- Установленное значение. Рабочее значение температуры;
- Программа. Задаётся в том случае, если регулятор прибора программируется, и прибор позволяет задать программу температуры для данного регулятора. UniChrom в общем случае позволяет программировать все регуляторы. При создании программы для регулятора в области панели программных регуляторов отображается динамически изменяющийся градиент. То есть оператор при наборе программы видит не только цифры, но и сам график.



Рис. 16. Общие настройки регуляторов

1 – текущее значение; 2 – установленное значение; 3 – минимальное значение; 4 – максимальное значение; 5 – готовность; 6 – длительность программы; 7 – программа; 8 – график программы.

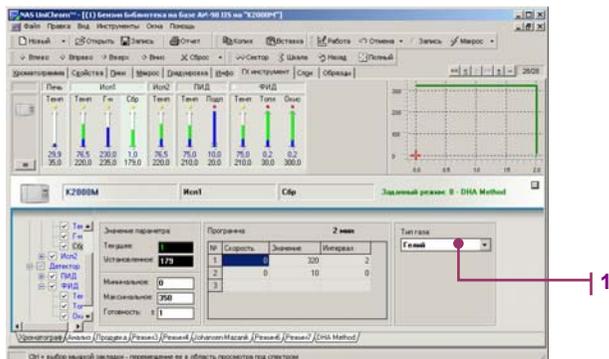


2.5.1.4. Газовые регуляторы

Структура газовых регуляторов и работа с ними аналогична температурным регуляторам. Отличительной особенностью является то, что появляется дополнительная газовая панель, позволяющая ввести специфические газовые настройки. В первую очередь, это тип газа.

Рис. 17. Выбор типа газа для газового регулятора

1 – выбор типа газа.



2.5.1.5. Регулятор газа-носителя

Для регулятора газа-носителя газовая панель выглядит так:

Рис. 18. Газовая панель для регулятора газа-носителя

1 – выбор режима (“Расход”, “Давление”, “Скорость”, “Поток”); 2 – параметры колонки; 3 – газовый калькулятор; 4 – давление на входе в колонку; 5 – суммарный расход газа-носителя; 6 – поток через колонку; 7 – средняя скорость газа-носителя; 8 – мертвое время; 9 – деление потока.

Тип газа: Гелий

Режим регулирования: Давление на входе

Свойства колонки:

Длина, м	Диаметр, мм
100	0,25

Установки / Состояние

	Прибор	Расчёт.
Р, кПа	230,00	230,00
Q, мл/мин	21,30	21,30
F, мл/мин		1,40
V, см/с		20,51
Задержка (мин)		8,13
Деление потока 1:		0,7

Установки / Состояние

Указанные на Рис. 18 расчётные параметры определяются для текущей температуры термостата и нормального атмосферного давления на выходе из колонки.

2.5.2. Параметры реестра для хроматографа “Кристалл-5000”

2.5.2.1. Параметры установки драйвера

- 1) **InfName** – *cr5000.inf*. Если не указан полный путь к файлу *.inf, например, C:\Unichrom\Install\cr5000.inf, то указанный файл должен находиться в папке Windows\inf, которая может быть скрыта от неопытных пользователей. Этот параметр прописывается редактором конфигурации (se.exe) при установке драйвера. Изменять не рекомендуется.

2.5.2.2. Параметры подключения к прибору

- 1) Наименование инструмента: по умолчанию – *Кристалл-5000*. Может быть задано пользователем произвольно, например, “Мой любимый хроматограф с моими любимыми настройками”.
- 2) Уникальное наименование инструмента **DevName** – *Кристалл-5000*. Должно соответствовать наименованию прибора в *.inf файле. Этот параметр прописывается редактором конфигурации (se.exe) при установке драйвера. Изменять не рекомендуется.
- 3) Путь к драйверу **DriverName** – *cr5000.dll* Если не указан полный путь к файлу *.dll, например, C:\Unichrom\Drivers\cr5000.dll, то указанный файл должен находиться в папке Windows\System32\
- 4) Порт подключения хроматографа к компьютеру **ComName** – *COM1* или *COM2*, или *COM3* и т. д. Определяется пользователем в соответствии со схемой подключения прибора к компьютеру;

2.5.2.3. Параметры настройки хроматографа

- 1) Частота измерения **driverfreq** – 25 (Гц). Определяется пользователем;
- 2) Режим “Работа”/”Поверка” **lvalidation** – 0. 0 – “Работа”, 1 – “Поверка”;
- 3) Блокировка нагрева термостата колонки при превышении температуры термостата над температурой детектора 1 **checktd1overto** – 1. 0 – Выкл, 1 – Вкл.;
- 4) Блокировка нагрева термостата колонки при превышении температуры термостата над температурой детектора 2 **checktd2overto** – 1. 0 – Выкл, 1 – Вкл.;
- 5) Время аварии **alarmtime** – 300 (сек). 0 – Выкл, >0 – Вкл. Если задать время аварии меньше 5 минут при программировании расхода (давления, ...) газа, например сброса пробы, то по причине большой длительности процесса установки нового значения расхода газа, хроматограф может решить, что произошла авария и отключит нагрев термостата даже во время измерения. Необходимо задавать такое время аварии, при котором затухнут все релаксации параметра при программировании.
- 6) Время ожидания **waittime** – 300 (сек). 0 – Выкл, >0 – Вкл. Время достаточное для затухания всех колебаний параметров при подготовке прибора к измерению. При наличии автодозатора время меньше 5 минут лучше не устанавливать.

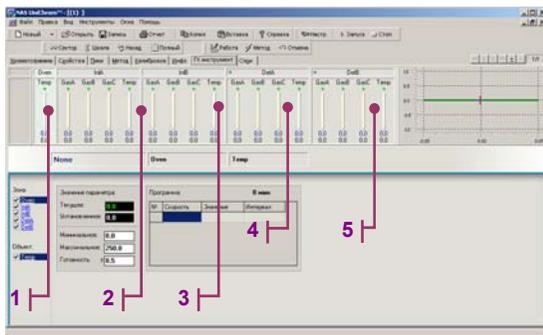


2.5.3. Примеры различных конфигураций оборудования в системе UniChrom

Как уже говорилось в предыдущих разделах, хроматограф в UniChrom представлен пятью зонами (Рис. 19).

Рис. 19. Зоны хроматографа

1 – термостат (Oven); 2 – зона ввода пробы А (InIA); 3 – зона ввода пробы Б (InIB); 4 – детектор А (DetA); 5 – детектор Б (DetB).



Все зоны, кроме термостата, имеют четыре регулируемых объекта:

- 1) Газ 1 (GasA);
- 2) Газ 2 (GasB);
- 3) Газ 3 (GasC);
- 4) Температура (Temp).

Термостат имеет только регулятор нагрева.

Названия зон регулирования по умолчанию – английские сокращения.

Но названия зон и каждого регулятора можно менять для установления соответствия конфигурации прибора.

Каким образом система UniChrom узнает о наличии зон и соответствующих зонных объектов у прибора? Ответ прост: всю функциональность прибора реализует его драйвер¹¹. Именно драйвер докладывает системе UniChrom о конфигурации оборудования, наличии зон и зонных объектов.

Рассмотрим несколько примеров.

2.5.3.1. Управление “Цвет-800”

Дано: ГХ “Цвет-800” или любой другой из этого семейства.

Найти: какие зоны и зонные объекты будут доступны для управления прибором в системе UniChrom?

Решение: согласно паспортным данным прибора, ГХ имеет термостат, два испарителя (Исп.1 и Исп.2), детектор и так называемую переходную камеру,

¹¹ Программный модуль системы UniChrom, который точно знает, на каком “языке” общаться с прибором, передавать ему параметры, снимать с него сигнал.





которая является платформой нагрева ионизационных детекторов. Таким образом, этот прибор имеет следующие зоны, доступные в системе UniChrom.

Наименования зоны	Объекты регулирования
Термостат	Температура
Испаритель 1	Температура
Испаритель 2	– // –
Детектор	– // –
Переходная камера	– // –

Расходы и давления газов в этом приборе управляются вручную.

2.5.3.2. Управление HP-6890

Дано: ГХ HP-6890 производства Agilent Technologies Inc. или любой другой из этого семейства.

Найти: какие зоны и зонные объекты будут доступны для управления прибором в системе UniChrom?

Решение: Согласно паспортным данным прибора, ГХ имеет термостат, два испарителя (передний и задний – Front Inlet, Back Inlet), два детектора (передний и задний Front Detector, Back Detector), а также ряд дополнительных зон (Aux). Таким образом, этот прибор имеет следующие зоны, доступные в системе UniChrom.

Наименования зоны	Объекты регулирования
Термостат	Температура
Испаритель 1	Температура Расход газа носителя Расход сброса Расход обдува (septum)
Испаритель 2	Температура Расход газа носителя Расход сброса Расход обдува (septum)
Детектор 1	Температура Расход газа обдува Расход водорода Расход воздуха
Детектор 2	Температура Расход газа обдува Расход водорода Расход воздуха



**2.5.3.3. Управление “Кристалл-2000М”**

Дано: ГХ “Кристалл-2000М” производства СКБ “Хроматэк”.

Найти: какие зоны и зонные объекты будут доступны для управления прибором в системе UniChrom?

Решение: Согласно паспортным данным прибора, ГХ имеет термостат, два испарителя (Исп.1 и Исп.2), два детектора (Дет.1 и Дет.2), детекторы и испарители парно размещены на платформах, имеющих общую температуру. Кроме регуляторов температуры, прибор имеет пять электронных регуляторов расхода газов, которые называются: Газ1, Газ2, Газ3, Водород, Воздух.

Расположение регуляторов расхода, согласно принадлежности их к соответствующим зонам регулирования определяется драйвером прибора. Таким образом, этот прибор имеет следующие зоны, доступные в системе UniChrom.

Наименования зоны	Объекты регулирования	Примечание
Термостат	Температура	
Испаритель 1	Температура Расход Газа 1 Расход Газа 3	Если в приборе установлен регулятор давления и расхода РРГ-11, то Газ 1 устанавливает давление, а измеряет расход Газ 3. Обычно применяется для регулирования сброса с капиллярной колонки.
Испаритель 2	Температура Расход Газа 2	Температура второго испарителя идентична первой, органы управления дублируются.
Детектор 1	Температура Расход Водорода Расход Воздуха	Температура обоих детекторов одинакова. Расходы водорода и воздуха только для пламенных детекторов

Драйвер этого прибора позволяет перемещать объекты регулирования между зонами. То есть для того чтобы визуальное отображение соответствовало реальной конфигурации прибора.

2.5.3.4. Управление “Кристаллюкс-4000”

Дано: ГХ “Кристаллюкс-4000” производства СКБ “БиоМашПрибор”.

Найти: какие зоны и зонные объекты будут доступны для управления прибором в системе UniChrom?

Решение: По паспорту, приборы “Кристаллюкс-4000” имеют термостат, два испарителя (Исп.1 и Исп.2), два детектора (Дет.1 и Дет.2), детекторы и испарители парно размещены на платформах, имеющих общую температуру.



Кроме регуляторов температуры, прибор имеет пять электронных регуляторов расхода газов, которые называются: Газ1, Газ2, Газ3, Водород, Воздух.

Расположение¹² регуляторов расхода, согласно принадлежности их к соответствующим зонам регулирования определяется драйвером прибора. Таким образом, этот прибор имеет следующие зоны, доступные в системе UniChrom.

Наименования зоны	Объекты регулирования	Примечание
Термостат	Температура	
Испаритель 1	Температура Расход Газа 1 Расход Газа 2	Если в приборе установлен регулятор давления и расхода РРГ-11, то Газ 1 устанавливает давление, а измеряет расход Газ 3. Обычно применяется для регулирования сброса с капиллярной колонки.
Испаритель 2	Температура Расход Газа 3	Температура второго испарителя идентична первой, органы управления дублируются.
Детектор 1	Температура Расход Водорода Расход Воздуха	Температура обоих детекторов одинакова. Расходы водорода и воздуха только для пламенных детекторов

Рассмотрим на примере ГХ “Кристаллюкс-4000” различные конфигурации прибора.

2.5.3.5. Пример комплекса для анализа детального углеводородного состава бензинов, бензиновых фракций и дизельных топлив

Дано: ГХ “Кристаллюкс-4000”, модуль ПИД-ФИД, капиллярная колонка Rtx-1 100 м, 0,25 мм, 0,5 мкм, “Y-splitter” для синхронной регистрации хроматограмм с ПИД и ФИД.

Задача: создать комплекс детального углеводородного анализа бензинов и дизельных топлив.

Решение: хроматограф физически имеет только пять регуляторов расхода газов и три регулятора нагрева:

- расход воздуха;
- расход водорода;
- расход газа 1;

¹² Некоторые драйверы позволяют переопределять положение зонных объектов внутри зон, то есть менять конфигурацию программного представления прибора в соответствии с тем, как расположены регуляторы в реальном приборе.

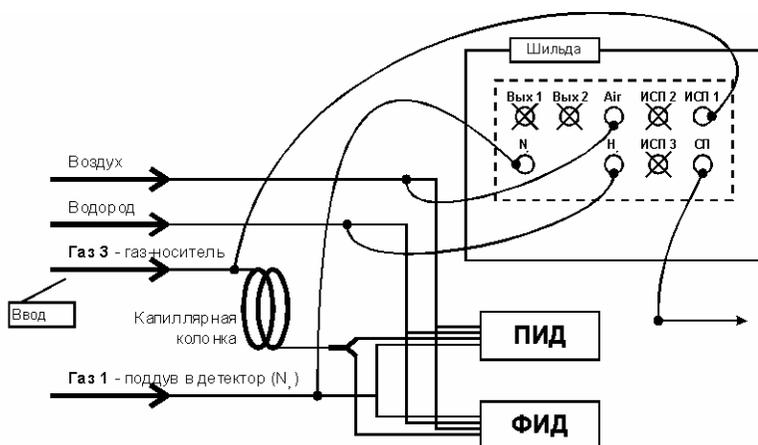


- расход газа 2;
- Расход газа 3;
- температура термостата;
- температура блока детекторов;
- температура зон ввода пробы.

Таким образом, настройка программы на работу с хроматографом заключается в установке соответствия регуляторов прибора с зонами и регуляторами программы.

Температурные регуляторы прибора "Кристаллукс-4000" и программы UniChrom связаны однозначно. В каждой зоне по одному "термометру", поэтому никаких действий от методиста, создающего комплекс, не требуется.

Подключим газ-носитель к регулятору расхода 1:

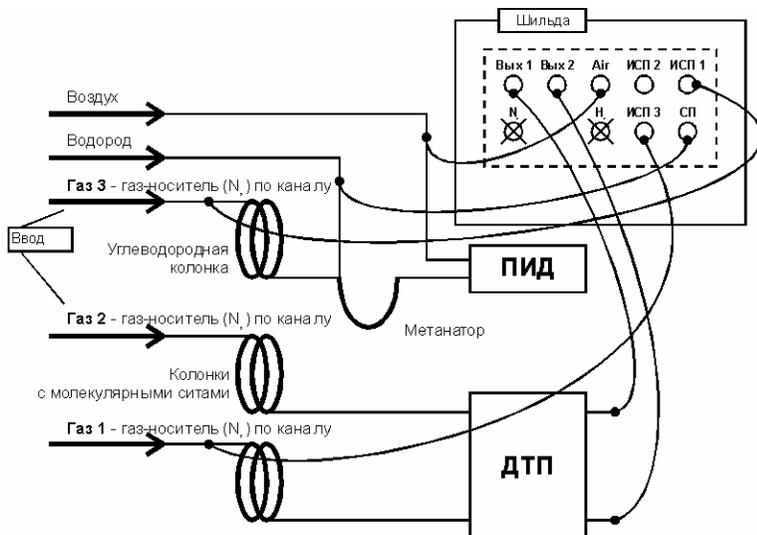


2.5.3.6. Пример комплекса для анализа газовых поверочных смесей

Дано: ГХ “Кристаллюкс-4000”, модуль ПИД-ДТП, две набивных колонки – углеводородная и молекулярные сита.

Задача: Создать комплекс для анализа состава природного газа.

Решение: Подключим газ-носитель к регулятору расхода 1:



2.5.3.7. Настройка параметров хроматографа “Кристаллюкс-4000”

Параметры добавляются с помощью редактора конфигурации или редактора системного реестра. Если какой-либо параметр не задан, его значение принимается равным значению по умолчанию.

Параметр	Описание	Возможные значения	Значения по умолчанию
EquilibTime	Время перехода хроматографа в состояние "готов" после достижения установленных значений температур и потоков, с	Обычно от 30 до 300	60
IAF1,IAF2,IAF3 DAF1,DAF2,DAF3 IBF1,IBF2,IBF3 DBF1,DBF2,DBF3	Установка соответствия между отображаемыми регуляторами расхода газов системы UniChrom и внутренними регуляторами прибора	от 0 до 6	(см. опис.)



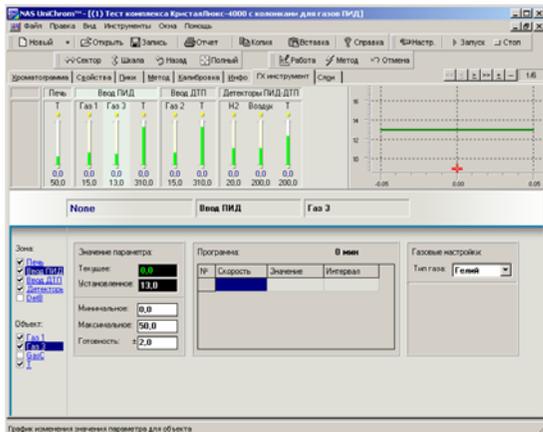
Параметр	Описание	Возможные значения	Значения по умолчанию
DA, DB, DC	Установка типов детекторов в измерительном модуле	0, 1, 2, 3, 4	1, 2, 0
DAMultiplier DBMultiplier DCMultiplier	Установка множителя для сигналов, снимаемых на выходе детекторов	от 1,0 до 8,0	1,0
FIDFlameMode	Установка режима контроля пламени горелки ПИД	0, 1, 2	1
PIDLampMode	Установка режима контроля ВУФ лампы ФИД	0, 1, 2	1
TCD1Mode TCD2Mode TCDMode	Установка режима контроля тока спирали ДТП.	0, 1, 2	1
TCD1Current TCD2Current TCDCurrent	Устанавливаемый ток ДТП, мА	обычно 0 или от 50 до 150	0
TCD1Balance TCD2Balance TCDBalance	Установка баланса ДТП.	от 0 до 100 (возможно до 127)	50
FlameDelta	Приращение уровня сигнала по каналу ПИД, которое индицирует наличие пламени	больше 0	0,0002
IgnitingFuel	Начальный уровень водорода для зажигания, мл/с	от 5	Равно рабочему значению
IgnitingFuelDelta	Изменение уровня водорода для последующих попыток зажигания, мл/с	от 0	10

- **EquilibTime** – время перехода хроматографа в состояние "готов" после достижения установленных значений температур и потоков. При удержании всех регулируемых значений в допустимых пределах в течение данного времени на передней панели хроматографа гаснет индикатор "подготовка" и включается индикатор "готов";
- **IAFx, DAFx, IBFx, DBFx** – соответствие между внутренними регуляторами расхода газов и отображаемыми регуляторами системы UniChrom.

В интерфейсе управления газохроматографическим инструментом с каждой зоной регулирования может быть связано до трёх регуляторов газовых потоков. Один внутренний регулятор прибора может быть связан с одним или несколькими отображаемыми регуляторами.



Рис. 20. Настроенные зоны ГХ “Кристаллюкс-4000”



Стандартные предназначения для регуляторов и параметры для настройки приведены в следующей таблице:

	Инжектор А	Инжектор В	Детектор А	Детектор В
Газ А	IAF1 (носитель)	IBF1 (носитель)	DAF1 (обдув)	DBF1 (обдув)
Газ В	IAF2 (сброс)	IBF2 (сброс)	DAF2 (водород)	DBF2 (водород)
Газ С	IAF3 (обдув септы)	IBF3 (обдув септы)	DAF3 (воздух)	DBF3 (воздух)

5. Параметры **IAF_x**, **DAF_x**, **IBF_x**, **DBF_x** могут принимать значения от 0 до

- 0 – Нет регулятора;
- 1 – Регулятор “Газ 1”, мл/мин;
- 2 – Регулятор “Газ 2”, мл/мин;
- 3 – Регулятор “Газ 3”, мл/мин;
- 4 – Регулятор “Водород”, мл/мин;
- 5 – Регулятор “Воздух”, мл/мин;
- 6 – Регулятор или измеритель давления, кПа.



По умолчанию параметры принимают значения в соответствии со следующей таблицей:

	Инжектор А	Инжектор В	Детектор А	Детектор В
Газ А	IAF1=1	IBF1=2	DAF1=0	DAF2=0
Газ В	IAF2=3	IBF2=0	DAF2=4	DBF2=0
Газ С	IAF3=0	IBF3=0	DAF3=5	DBF3=0

Пример настройки конфигурации:

Если “Газ 3” используется для обдува детектора ПИД, то необходимо:

- параметру DAF1 присвоить значение 3;
- параметру IAF2 присвоить значение 0.

Если в системе отсутствуют детекторы ПИД или ТИД и нет необходимости в установке водорода и воздуха для зажигания пламени, то можно убрать соответствующие регуляторы:

- параметру DAF2 присвоить значение 3;
- параметру DAF3 присвоить значение 0.

Если в системе присутствует измеритель или регулятор давления на входе в капиллярную колонку, то можно установить соответствующий регулятор на место третьего регулятора потока для испарителя, поскольку в конструкции данного хроматографа обычно отсутствует обдув септы:

- параметру IAF3 присвоить значение 6;
- или параметру IAF3 присвоить значение 6.

DA, DB, DC – соответствие между номерами измерительных каналов системы UniChrom и типами подключённых детекторов. DA соответствует измерительному каналу 1, DB – каналу 2, DC – каналу 3.

Параметры могут принимать значения от 0 до 4.

- 0 – “неизвестный” – для данного детектора не требуются специальные настройки.
- 1 – “ПИД” (FID) или “ТИД” (NPD) – по каналу выполняется контроль пламени.
- 2 – “ДТП1” (TCD1) – для канала включается ток моста и баланс первого ДТП.
- 3 – “ДТП2” (TCD2) – для канала включается ток моста и баланс второго ДТП.
- 4 – “ФИД” (PID) – для канала включается лампа ВУФ.

По умолчанию параметры принимают следующие значения:

DA = 1
DB = 2
DC = 0

Такая настройка подходит для наиболее часто встречающейся конфигурации хроматографа ПИД – ДТП. Нужно заметить, что хотя в данной



конфигурации измерительный канал 3 также подключён к ДТП1, канал 3 может быть настроен как ДТП1, так и как “неизвестный”. Это не повлияет на поведение драйвера.

FIDFlameMode – режим контроля пламени в пламенно-ионизационном детекторе. Принимает следующие значения:

- 0 – “Выкл” (Off) – не включать потоки водорода и воздуха и не зажигать пламя;
- 1 – “Авто” (Auto) – зажигать пламя, если, по крайней мере, один измерительный канал настроен параметрами DA, DB, DC в режим “ПИД”; иначе не зажигать. Контролировать и индцировать пламя по каналам, установленным в режим “ПИД”;
- 2 – “Вкл” (On) – зажигать пламя независимо от настроек каналов. Не выполнять контроль пламени, но индцировать, если каналы настроены.

PIDLampMode – режим контроля ВУФ лампы для ФИД фото-ионизационного детектора. Принимает следующие значения:

- 0 – “Выкл” (Off) – не включать лампу;
- 1 – “Авто” (Auto) – включить лампу, если, по крайней мере, один измерительный канал настроен параметрами DA, DB, DC в режим “ФИД” и по нему подготовлено измерение, иначе – выключить. Индцировать лампу для каналов, установленных в режим “ФИД”;
- 2 – “Вкл” (On) – включить лампу независимо от настроек каналов. Индцировать лампу для установленных каналов.

TCD1Mode, TCD2Mode, TCDMode – режим контроля спирали первого/второго/обоих ДТП. Принимает следующие значения:

- 0 – “Выкл” (Off) – не включать спираль;
- 1 – “Авто” (Auto) – включить спираль, если, по крайней мере, один измерительный канал настроен параметрами DA, DB, DC в режим “ДТПn”; иначе не включать;
- 2 – “Вкл” (On) – включить спираль независимо от настроек каналов.

TCD1Current, TCD2Current, TCDCurrent – ток спирали (спиралей) первого/второго/обоих ДТП.

TCD1Balance, TCD2Balance, TCDBalance – баланс первого/второго/обоих ДТП. Меньшие значения баланса смещают баланс в сторону отрицательного канала ДТТ и уменьшают измеряемые значения, большие значения – в сторону положительного канала ДТТ.

FlameDelta – приращение сигнала в канале “ПИД”, которое индцирует наличие пламени. Перед началом процесса зажигания измеряется уровень сигнала во всех каналах типа “ПИД”. После попытки зажигания наличие увеличения сигнала на величину, большую **FlameDelta** считается признаком наличия пламени. Зажигание считается успешным, если пламя обнаружено на всех каналах типа “ПИД”.

IgnitingFuel – уровень водорода, который устанавливается при первой попытке зажигания.

IgnitingFuelDelta – приращение уровня водорода для последующих попыток зажигания.

IgnitingAir – уровень воздуха, который устанавливается при зажигании.



IgnitingTries – количество неудачных попыток зажигания с нарастающим уровнем водорода, после которых драйвер отказывается от дальнейших попыток.

IgnitingTime – длительность подачи напряжения на спираль зажигания.

Устаревшие параметры. Поддерживаются для совместимости с ранее сделанными настройками:

Параметр	Описание	Возможные значения	Чем заменить
CheckPIDLamp	Контроль ВУФ лампы ФИД	0, 1, 2, 3, 4	PIDLampMode, DA, DB, DC
CheckFIDFlame	Контроль пламени горелки ПИД	0, 1, 2, 3, 4	FIDFlameMode, DA, DB, DC
FlameOnLevel	Наименьший уровень сигнала, заведомо определяющий зажжённое пламя, В	обычно в пределах от 0 до 0,005 В	FlameDelta
IgnitionFlowLow	Минимально необходимый уровень водорода для зажигания, мл/мин	обычно от 40 до 100	=IgnitingFuel
IgnitionFlowHigh	Максимальный уровень водорода во время зажигания, мл/мин	обычно от 60 до 120	=IgnitingFuel + IgnitingFuelDelta * (IgnitingTries-1)



Рис. 21. Параметры устройства для ГХ “Кристаллюкс-4000” – детекторный модуль ПИД-ДТП

Имя	Тип	Значение
(item name)	Строка	Кристаллюкс-4000
DriverName	Строка	C:\sys4000.dll
EquilibTime	Строка	60
FIDFlameMode	Строка	1
FlameDelta	Строка	0,0002
IgnitingAir	Строка	0
IgnitingFuel	Строка	40
IgnitingFuelDelta	Строка	10
IgnitingTime	Строка	500
IgnitingTries	Строка	5
PIDLampMode	Строка	1
TCD1Balance	Строка	64
TCD1Current	Строка	70
TCD1Mode	Строка	1
TCD2Balance	Строка	64
TCD2Current	Строка	70
TCD2Mode	Строка	1

2.5.4. Установка нескольких инструментов одного типа

Если к компьютеру подключено более одного устройства одного типа, установите каждое устройство и задайте им рабочие параметры.

Устройства одного типа обязаны отличаться коммуникационными портами, через которые они подключены, а также могут отличаться по частоте сбора данных и по другим параметрам.

2.5.5. Установка драйверов и регистрация в системном реестре

Операция копирования файлов и регистрация установленных устройств в системном реестре выполняются автоматически при закрытии окна редактора конфигурации.

Если устройство было удалено, то соответствующие файлы и регистрация этого устройства автоматически удаляются также при закрытии окна редактора.

2.5.6. Меню редактора конфигурации

В редакторе конфигурации имеется возможность выполнять выше перечисленные операции с использованием меню программы.

В командах меню дублируются основные функции редактора: добавление, удаление и настройка параметров устройств. Эти команды меню выполняются только для выбранного устройства.

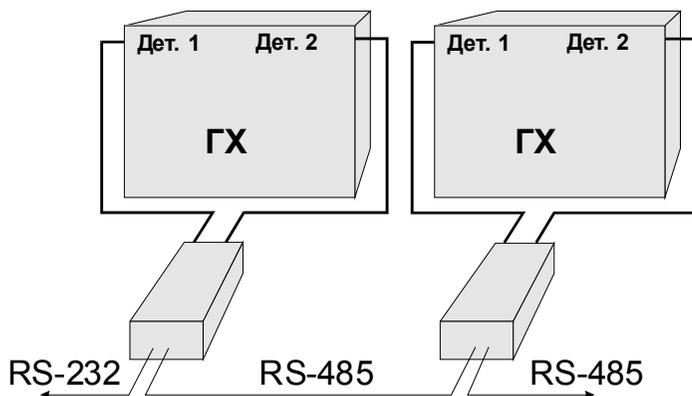
Меню позволяет выполнить установку драйверов и регистрацию устройств, не дожидаясь закрытия программы редактора. Для этого необходимо щёлкнуть на пункт **Правка** и выбрать команду **Сохранить изменения**.

2.6. Установка ADC L-net

2.6.1. Введение

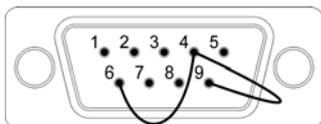
Лабораторная измерительная сеть L-net предназначена для связи блоков АЦП в единую магистраль и подключения их к компьютеру. Магистраль L-net представляет собой пару проводов, аналогичных телефонным, которые соединяют блоки АЦП в так называемую "гирлянду". К компьютеру подключается только один блок из этой "гирлянды", какой – не имеет значения. Типичная схема подключения блоков АЦП к хроматографам изображена на Рис. 22

Рис. 22. Подключение блоков ADC L-net к хроматографическим приборам



2.6.2. Особенности установки сети L-net

Основной особенностью сети L-net является то, магистраль присутствует в единственном экземпляре на одном компьютере. Установка дополнительных экземпляров инструмента типа L-net приведет лишь к тому, что все они будут узлами этой магистрали. При установке сети LabNET следует помнить, что блоки, непосредственно не подключенные к компьютеру требуют установки на порт RS-232 специальной «заглушки». Наличие заглушки переводит блок в режим использования магистрали RS-485. Ниже приведена распылка выводов заглушки.



Для работы с блоками АЦП L-net разработаны два драйвера L-net – модуль LnetC32.dll и LNetl (инструментальный) – LNetl.dll.

Драйвер LnetC32.dll является транспортным драйвером магистрали, представляющую собой один измерительный инструмент типа "АЦП" с числом каналов от двух до 32 и с одной частотой выборки сигнала. Частоту выборки программным образом изменять нельзя. По умолчанию она равна 10 Гц. До конца 2002 года на всех поставляемых блоках АЦП L-net указаны номера каналов. В сети L-net в испытательных лабораториях на крупных химических предприятиях присутствует до 14 измерительных каналов, т. е. 7 блоков АЦП L-net.

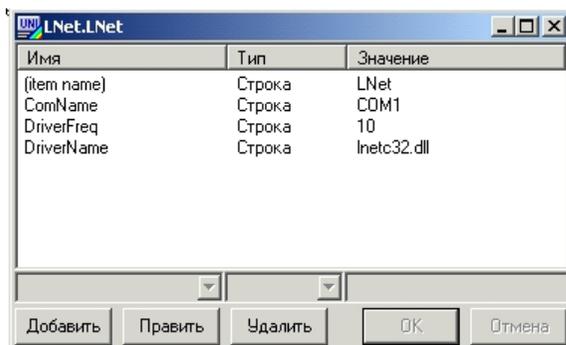
При работе с драйвером LNetl.dll каждый блок АЦП сети L-net воспринимается как самостоятельный прибор со своим идентификационным номером, характерной конфигурацией и программируемой частотой опроса АЦП L-net. Следует помнить, что Lnetl.dll использует LnetC32.dll неявно. Поэтому для работы LNetl следует установить оба драйвера.

Драйверы LnetC32.dll и Lnetl.dll устанавливаются с помощью редактора конфигурации. Так как драйверы, включенные в поставку UniChrom до 4.3 включительно, не определяют автоматически наличие сети устройств L-net, подключенных к компьютеру, то для правильной установки следует указать COM-порт, к которому подключены устройства:

- 1) Выберите в редакторе конфигурации SE.EXE меню "Правка\Общие настройки";
- 2) Среди общих параметров найдите строковый параметр – "ComPort".
- 3) Если такого параметра нет – добавьте его, выбрав из списка.
- 4) Установите этот параметр **точно в тот** COM-порт, к которому подключена сеть L-net – например, COM2.

Установленная на правильный порт сеть L-net больше настройки не требует, поэтому сразу переходите к "Опробованию".

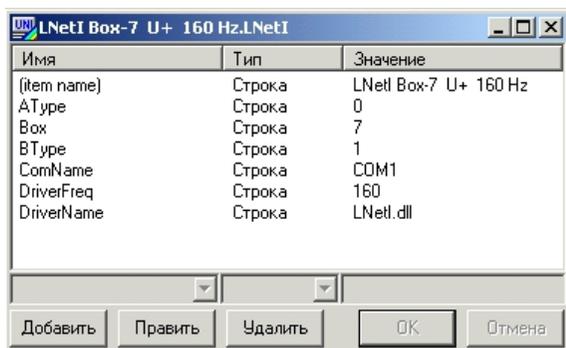
Рис. 23. Установка параметров АЦП L-net с драйвером Lnetc32.dll



При установке и последующей работе с драйвером Lnetc32.dll вся сеть L-net представляет собой один прибор с большим количеством измерительных каналов для сбора данных. Номера измерительных каналов, как правило, указаны на лицевой панели блоков АЦП L-net. Номер измерительного канала может быть от

1 до 32. Непосредственно номер канала указывается в окне спектра на закладке **Свойства** в графе параметр "Канал" имя "Channel".

Рис. 24. Установка параметров АЦП L-net с драйвером Lnet1.dll



В приведенном примере использован инструментальный драйвер Lnet1.dll. Идентификатор блока АЦП равен 7. С целью увеличения помехозащищенности измерительного 1-го канала (AType) 2-ой измерительный канал (BType) отключен.

DriverName – имя драйвера управления блоком АЦП L-net. Строковое значение.

DriverFreq – имя драйвера установки частоты выборки сигнала. Принимает любые дробные значения от 0 до 400.

Vox – идентификатор блока АЦП L-net. Параметр **Vox** принимает значения в диапазоне от 0 до 15 (0,1,2,3,4,5,6,7,8,9,A,B,C,D,E,F).

Каждый блок АЦП в сети должен иметь свой идентификационный номер, при этом измерительные каналы на каждом блоке будут принимать значения 1 и 2.

AType и **BType** – 1-й и 2-й измерительные каналы блока АЦП Lnet. Параметр принимает три значения: 0 – отключен, 1 – режим измерения по напряжению (U), 2 – режим измерения по току (I).

2.6.3. Диагностика неисправностей

Если после установки и подключения сети L-net, вы так и не смогли получить сигнал с АЦП, то внимательно просмотрите таблицу диагностических сообщений, возможно, это поможет найти неисправность.

Увидеть диагностические сообщения драйвера можно на отладочной консоли UniChrom. Как открыть консоль указано в разделе "2.6.3" на странице 78 – запустите программу с ключом командной строки – debugsession:

uwin32.exe – debugsession.

Все поступившие сообщения на отладочной консоли UniChrom во время работы инструмента можно зарегистрировать и сохранить в виде файла с помощью запуска программы с ключом командной строки -debugsession:

uwin32.exe – debugsession:c:\lunichrom\luclog.txt

Сообщения драйвера L-net в отладочной консоли, и что они обозначают:

Сообщение	Возможные неисправности и методы их устранения
Timeout on wait echo	<ul style="list-style-type: none">– Возможно, указан неверный номер COM порта. Проверьте соответствие спецификации компьютера;– Блок ADC L-net, подключенный к компьютеру не включен в сеть. Проверьте подключение блоков;– Кабель RS-232 отключен или поврежден. Проверьте подключение и целостность кабеля;– Порт COM неисправен. Проверьте L-net на другом порте, исправив установки в редакторе конфигурации (см. "Особенности установки").
Timeout on wait response	<ul style="list-style-type: none">– Вы производите измерения по несуществующему (отключенному) каналу. Включите блок, если он отключен, и выберите правильный номер канала;– Возможно блок ADC L-net, которым вы проводите измерение, неисправен. Попробуйте его выключить, а затем через 10 сек включить. Если ситуация не изменилась, обратитесь к поставщику.
Timeout on wait data	<ul style="list-style-type: none">– Возможно блок ADC L-net, которым вы проводите измерение, неисправен. Попробуйте его выключить, а затем через 10 сек включить. Если ситуация не изменилась, обратитесь к поставщику.
Bad data	<ul style="list-style-type: none">– Возможно порт COM неисправен. Проверьте L-net на другом порте, исправив установки в редакторе конфигурации (см. "Особенности установки").

2.6.4. Усилитель малых токов

Встроенный в блок ADC L-net усилитель малых токов производит автоматическое переключение диапазонов измерения. Для корректной работы широкодиапазонного усилителя в окне спектра должны быть установлены два системных свойства:

- Для драйвера Lnetc32.dll:
 - RangeMode** – 1;
 - RangeScale** – (170 – 250) величина коэффициента указана на наклейке, находящейся на нижней стороне блока АЦП.
- Для драйвера Lnetl.dll:
 - RangeMode** – 1;
 - RangeScale** – $1/(170 - 250)$ величина коэффициента указана на наклейке, находящейся на нижней стороне блока АЦП.



2.6.5. Усилитель малых напряжений

Встроенный в блок ADC L-net усилитель малых напряжений производит автоматическое переключение диапазонов измерения. Для корректной работы широкодиапазонного усилителя в окне спектра в закладке Свойства должны быть установлены два системных свойства:

- Для драйвера Lnetc32.dll:
RangeMode – 1;
RangeScale – 0,0078125 – величина коэффициента указана на наклейке, находящейся на нижней стороне блока АЦП.
- Для драйвера Lnetl.dll:
RangeMode – 0;
RangeScale – 0.

Примечание.

LNetC32.dll совместно с Lnetl.dll

Программируемый блок АЦП (с 2002 г.)		Программируемый блок АЦП (до 2002 г.)	
I	U	I	U
~ 1/200	0	~ 200	1/128

Программируемый блок АЦП получается из непрограммируемого блока АЦП заменой, записью нового, ПЗУ.

Драйвер LNetC32.dll является основным элементом, обеспечивающим работу блоков АЦП L-net в системе UniChrom. Этот драйвер работает как с новыми программируемыми блоками ADC L-net, так и со старыми непрограммируемыми блоками. При работе с новыми блоками возможностей данного драйвера не хватает. Он не обеспечивает задание новой частоты опроса АЦП и конфигурации блока. Дополнительная установка драйвера LNetl.dll к установленному LNetC32.dll позволяет полностью реализовать возможности новых блоков АЦП. При отсутствии LNetC32.dll инструментальный драйвер LNetl.dll не работает.

Коэффициенты переключения диапазонов измерений RangeScale для усилителей малых токов и напряжений не зависят от установленных драйверов, а определяются только моделью используемых блоков АЦП (новый – старый).

2.6.6. Кабель RS-232

Кабели последовательного интерфейса RS-232C бывают нескольких видов. Их различие в основном определяются типами оборудования находящимися на концах кабеля. Оборудование бывает двух типов:

- DTE – data terminal equipment (оборудование терминалов, например компьютер);
- DCE – data communication equipment (коммуникационное оборудование, например модем).

Обычно производится соединение оборудования DTE<->DTE и DTE<->DCE (DCE<X>DCE не соединяется друг с другом).



Кабель DTE-DTE предназначен для соединения терминального оборудования друг с другом. На обоих концах кабеля должны быть разъемы типа "F" – ("дырочки").

Такой кабель предназначен для соединения блоков АЦП L-net с ПК. Этот кабель также может быть использован для соединения ПК – HP-6890, ПК – "Кристаллюкс-4000".

Особенностью кабеля DTE-DTE является то, что сигналы RXD и TXD перекрещиваются, RXD->TXD, TXD->RXD.

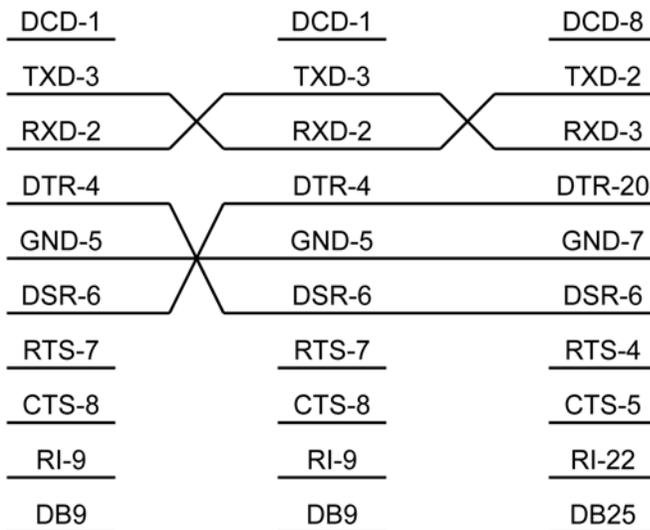
Для присоединения к ПК приборов типа HP-5890, "Кристалл-2000M" используется кабель типа DTE-DCE. Кабель DTE-DCE является стандартным кабелем для модемного оборудования. Для ПК предназначен конец кабеля с разъемом типа "F". Для оборудования – разъем типа "M" ("штырьки").

Особенностью кабеля DTE-DCE является то, что сигналы RXD и TXD не перекрещиваются, а идут прямо RXD->RXD, TXD->TXD.

Для присоединения блоков АЦП к компьютеру используется модифицированный DTE-DTE кабель. Его не рекомендуется использовать для соединения компьютеров между собой.

В зависимости от конфигурации компьютера используется кабель D9-D9 или D9-D25. К блоку АЦП подключается разъем D9, к компьютеру подключается разъем D9 или D25. При распайке кабеля необходимо использовать только правую (D9-D25) или только левую (D9-D9) часть схемы, приведенной ниже.

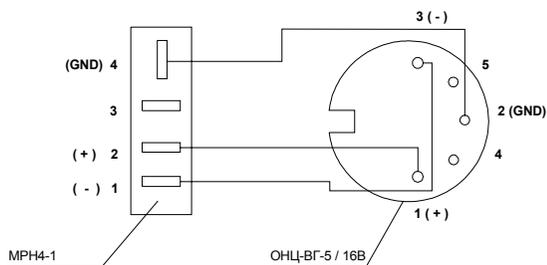
Рис. 25. Схема кабеля DTE-DTE RS-232 для соединения блоков АЦП с компьютером



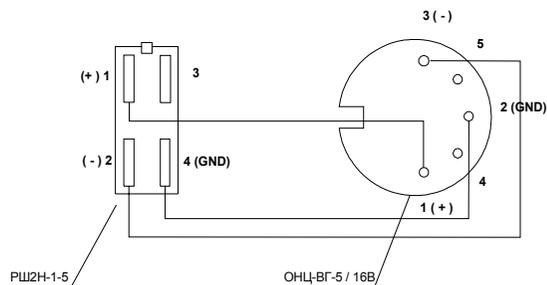
2.7. Способы подключения блоков АЦП L-net к хроматографическому оборудованию

Распайка кабелей:

Кабель соединения блока АЦП с хроматографом модели 3700 (вилки)



Кабель соединения блока АЦП с хроматографом "Цвет-500" (вилки)



2.8. Запуск программы Uwin32.exe

Операционная система Windows предоставляет пользователю различные способы запуска программ. Наиболее простые и достаточно распространённые способы запуска программы системы UniChrom приведены ниже. Выполните любой из них.

2.8.1. Запуск с рабочего стола Windows

Для запуска главного исполняемого модуля системы UniChrom дважды щёлкните ярлык программы на рабочем столе Windows или, если двойной щелчок не получается, щёлкните правой кнопкой на ярлык и выберите команду **Открыть**.

2.8.2. Запуск программы через системное меню



- 1) Нажмите , установите указатель на пункт **Программы** и раскройте группу программ **New Analytical Systems**;
- 2) Выберите команду **UniChrom for Windows' 95 & NT**.

2.8.3. Автоматический запуск при включении компьютера

Операционная система Windows позволяет настроить автоматический запуск программы при включении компьютера. Для этого требуется выполнить ниже приведенные действия.



- 1) Нажмите , установите указатель на пункт **Настройка** и выберите команду **Панель задач и меню**;
- 2) На вкладке **Настройка меню** нажмите кнопку **Добавить**;
- 3) Нажмите кнопку **Обзор**;
- 4) В поле **Папка** выберите диск, на котором установлена программа системы UniChrom;
- 5) В списке папок найдите ту, в которую установлен исполняемый модуль программы;
- 6) Дважды щёлкните UWin32.exe и нажмите кнопку **Далее**;
- 7) В списке папок выберите папку **Автозагрузка** и нажмите кнопку **Далее**;
- 8) Введите имя для ярлыка, например UniChrom, и нажмите кнопку **Готово**.

Прим. Ярлыки в папке Автозагрузка и на рабочем столе Windows это две разные ссылки на исполняемый модуль системы UniChrom.

2.8.4. Запуск при открытии файла данных

При инсталляции программного обеспечения системы UniChrom в Windows происходит автоматическая регистрация типов файлов данных системы UniChrom и устанавливается соответствие между типами файлов и программой UWin32.exe.



Указанная особенность операционной системы позволяет автоматически запустить программу при открытии файла данных. Для этого достаточно открыть папку с файлами данных и дважды щёлкнуть файл с расширением ***.\$\$\$** или ***.tsp**.

2.8.5. Параметры запуска программы Uwin32.exe

- 1) Щёлкните правой кнопкой ярлык программы и выберите команду **Свойства**;
- 2) На вкладке **Ярлык** в поле **Объект** в конце пути к файлу программы добавьте через пробел ключ запуска:
 - Чтобы запустить программу вместе с консольным окном, в котором отображается состояние системы UniChrom, состояние оборудования и сообщения об ошибках, введите – **debugsession**;
 - Чтобы состояние системы UniChrom, состояние оборудования и сообщения об ошибках сбрасывались в текстовый файл в процессе всего сеанса работы с программой, введите – **debugsession:filename**, где **filename** – полный путь к файлу. Например, **c:\unichrom\uclog.txt**. Если указанный файл отсутствует на диске, то он будет автоматически создан при запуске программы.
- 3) Используйте в дальнейшем данный ярлык для запуска программы с параметрами.

2.8.6. Дополнительные сведения

Для получения дополнительной справки по теме запуска программ, выполните следующие действия:

- 1) Нажмите  **Пуск** и выберите команду **Справка**.
- 2) На вкладке **Указатель** в поле строки поиска введите ключевые слова **Запуск программ**.
- 3) Выберите тему справки из списка и нажмите кнопку **Вывести**.

2.9. Опробование

Опробование системы UniChrom проводится с целью проверки правильности:

- подключения аналитического оборудования;
- установки и настройки программного обеспечения.

В процессе опробования должны тестироваться все измерительные каналы системы.

Выполните тестирование каждого измерительного канала в соответствии с нижеследующими инструкциями.



2.9.1. Тестирование измерительного канала

- Шаг 1 Включите приборы и компьютер. При наличии в измерительном канале модуля ADC L-net включите сначала блок аналого-цифрового преобразователя, а затем хроматограф.
- Шаг 2 Запустите программу системы UniChrom.
- Шаг 3 Создайте окно спектра, соответствующее типу тестируемого устройства:
- в меню программы **Файл** выберите команду **Новый метод**;
 - дважды щёлкните значок, соответствующий типу тестируемого устройства.
- Обозначения типов устройств в системе UniChrom следующие:

Значок типа	Устройства, соответствующие данному типу
 ГХ	“Кристалл-2000М”, “Кристалл-5000”, “Кристаллюкс-4000”, HP 4890, HP 5890, HP 6890, Shimadzu GC-17A, “Цвет-800”, “Цвет-800” & ADC L-net, “Цвет-500” & TCB & ADC L-net
 ЖХ	Стайер & ADC L-net, Милихром-5, Милихром А-02
 АЦП	ADC L-net, Counter, SoundBlaster, E-24, “МультиХром-16”, “МультиХром-24”

- Убедитесь в том, что окно спектра соответствует выбранному типу устройства. При выборе типа **ГХ** (газовый хроматограф) в окне спектра должна появиться вкладка **ГХ инструмент**. При выборе типа **ЖХ** (жидкостной хроматограф) в окне спектра должна появиться вкладка **ЖХ инструмент**. При выборе типа **АЦП** инструментальная вкладка в окне спектра должна отсутствовать.

Шаг 4 Выберите устройство:



- 1) Нажмите кнопку **Настройки** на панели инструментов;
- 2) Дважды щёлкните значок тестируемого устройства;
- 3) Убедитесь в том, что значение свойства спектра с именем **lname** (instrument name) на вкладке спектра **Свойства** соответствует названию выбранного устройства.

Шаг 5 Задайте режим работы аналитического оборудования – установите параметры работы оборудования, которые не управляются программно, средствами самого хроматографа.

2.9.2. Задание режима работы газового хроматографа

- 1) Перейдите на инструментальную вкладку спектра **ГХ инструмент**;
- 2) Убедитесь, что индикатор **Активность** мигает зелёным цветом. Это означает, что связь с хроматографом имеется, и все индикаторы на данной вкладке отображают текущее состояние хроматографа;
- 3) Щёлкните в поле **Термостат** и отредактируйте таблицу температурной программы;
- 4) Щёлкните в поле **Детектор**, задайте температуру детектора и расходы газов (поддув, топливо и окислитель). Хроматограф сразу реагирует на ввод новых значений параметров и начинает автоматически устанавливать их.

2.9.3. Задание режима работы жидкостного хроматографа

- 1) Перейдите на инструментальную вкладку спектра **ЖХ инструмент**;
- 2) Введите верхний и нижний пределы давлений в барах и нажмите кнопку **Установить**;
- 3) Заполните таблицу **Программа потоков**;
- 4) Нажмите кнопку **Включить** и убедитесь, что индикатор **Активность** замигал зелёным цветом. Это означает, что связь с хроматографом установлена, и все индикаторы на вкладке **ЖХ инструмент** отображают текущее состояние хроматографа.

Шаг 6 Укажите номер измерительного канала и длительность измерения:

- На вкладке спектра **Свойства** в графе **Значение** для параметра с именем **Channel** введите номер измерительного канала;
- На вкладке спектра **Свойства** в графе **Значение** для параметра с именем **XEnd** введите длительность измерения.

Шаг 7 Настройте диапазон измерения для ADC L-net: на вкладке спектра **Свойства** задайте значения параметров с именем **RangeMode** и **RangeScale**. Значения этих параметров приводятся в паспорте устройств сети L-net. Данный пункт можно пропустить, если в регистрации сигнала детектора не участвует измерительный модуль ADC L-net.

2.9.4. Запуск измерения

- 1) Нажмите кнопку **Измерение**  на панели инструментов. Убедитесь, что индикатор состояния спектра отображается красным цветом, и номер канала в области индикатора соответствует установленному значению. На дисплее спектра отображается сигнал детектора;
- 2) Дождитесь выхода данного хроматографа на заданный режим работы, ориентируясь по показаниям программных и (или) приборных индикаторов;
- 3) Нажмите кнопку **Старт** на приборе или кнопку **Измерение**  на панели инструментов. Убедитесь, что индикатор состояния спектра изменил цвет с красного на зелёный, на вкладке **Спектр** в области

индикатора **Л.м. Время** изменяются цифры, указывающие текущее время измерения с момента старта, а на дисплее спектра отображается сигнал детектора.

Результат тестирования: если сигнал детектора получен, то данный измерительный канал системы UniChrom работает. Устройство подключено правильно. Программа установлена и настроена на данное устройство правильно.

2.9.5. Разрешение вопросов по регистрации сигналов и управлению хроматографами

Если возникают вопросы или проблемы, не рассмотренные ниже, обратитесь к поставщику системы UniChrom или к ООО "НАС" для получения консультаций.

Симптомы	Действия по устранению
Измерение прекращается на четвёртой минуте регистрации. Программа перешла в демонстрационный режим и постоянно сообщает об этом.	<ul style="list-style-type: none">– Отшёл или испортился электронный ключ защиты программного обеспечения. Проверьте и переустановите электронный ключ;– Нет соответствия версий для модулей программы. Переустановите программное обеспечение системы UniChrom.
Не запускается вторая копия программы системы UniChrom.	<ul style="list-style-type: none">– Так должно быть. Допускается работа только с одной копией программы UniChrom.
При подготовке к измерению, после нажатия кнопки Измерение  , система сообщает, что канал устройства занят или не открывается.	<ul style="list-style-type: none">– Устройство не включено. Включите его;– Неправильно выбрано устройство для анализа. Выберите это устройство, используя команду Настройки .– Уже идёт измерение по данному каналу в другом окне. Остановите это измерение;– Устройство неправильно сконфигурировано. Измените конфигурацию устройства, используя редактор конфигурации системы UniChrom.
Невозможно выбрать устройство, так как нет значка устройства в окне Выбор инструмента после нажатия кнопки Настройки  .	<ul style="list-style-type: none">– Устройства не установлены. Запустите редактор конфигурации системы UniChrom и установите необходимое оборудование;– Устройства установлены с пустым названием. Используйте редактор для изменения параметра (item name) данного устройства;– Неправильно указаны порты устройств. Используйте редактор для редактирования параметров ComName всех установленных устройств.



Симптомы	Действия по устранению
<p>Индикатор состояния спектра показывает, что измерение идёт, но сигнала от ADC LNet не отображается и время на индикаторе Л.м. Время не изменяется.</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Блоки ADC L-net выключены. Включите устройства регистрации сети L-net; – Обрыв кабеля. Проверьте исправность линии RS-232 и RS-485; – Выключите и включите блок, связанный с компьютером. Выключите и включите блок, от которого нет сигнала; – Номер канала на вкладке Свойства не соответствует номеру канала блока. Установите соответствующий номер канала; – Проверьте исправность порта компьютера.
<p>Не регистрируется сигнал детектора.</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Детектор подключен неправильно или произошёл обрыв сигнального кабеля. Проверьте целостность и правильность подключения сигнального кабеля к детектору.
<p>Длительность измерения не соответствует указанной в свойствах спектра длительности.</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Частота сбора данных для устройства, прописанная в реестре, не соответствует частоте регистрации прибора. Отредактируйте параметр DriverFreq для данного устройства, используя редактор конфигурации системы UniChrom.
<p>Хроматограф не выходит на режим, заданный программно. Не моргает индикатор Активность на инструментальной вкладке спектра.</p>	<ul style="list-style-type: none"> – Убедитесь в том, что эти функции заложены в самих приборах и поддерживаются программным обеспечением системы UniChrom; – Запустите редактор конфигураций и правильно настройте параметр ComName для всех подключенных устройств; – Проверьте целостность кабеля, соединяющего устройство с компьютером; – Проверьте правильность подключения к компьютеру; – Проверьте исправность порта компьютера; – Некоторые хроматографы автоматически отключают нагрев зон при отсутствии газа носителя; – Произошёл сбой в хроматографе. Выключите и включите хроматограф.





3. Основные операции





3.1. Кратчайший путь к цели

Целью работы с любой хроматографической системой является, прежде всего, получение отчёта, то есть электронной или бумажной формы, содержащей рисунок хроматограммы, условия проведения эксперимента, таблицу пиков со временами удерживания, высотами, площадями и концентрациями соответствующих им компонентов.

3.1.1. Как это сделать быстрее?

Итак, начнём:

- 1) Запустим программу UniChrom;



- 2) Откроем чистое окно для нашей работы, нажав кнопку ;
- 3) У чистого окна выберем ярлычок “Свойства” (у окна есть внизу ярлычки как у телефонной книги), и в графе “Конец спектра” укажем длительность хроматограммы в минутах (например – 15), а в графе “Канал” – номер канала соответствующего выбранному детектору хроматографа. Не обязательно, но можно назвать наш анализ в графе “Имя спектра” (например – Мой первый анализ пестицидов);
- 4) Перелистаем страничку окна опять на “Спектр”. Теперь на оси времени мы видим указанное нами время;
- 5) Укажем нашему окну, что мы будем стартовать измерение кнопкой на



блоке АЦП. Для этого нажмем на кнопку  один раз. Заголовок окна изменится – например “Мой первый анализ пестицидов /2”. Это означает, что второй канал ожидает старта. Подготовьте и введите пробу в хроматограф и нажмите кнопку на блоке АЦП. Или нажмите



 еще раз;

- 6) Анализ начался, заголовок окна изменился еще раз – “Мой первый анализ пестицидов [2]”. В окне спектра будут меняться два параметра

Л.м. Время, мин	Л.м. Сигнал
1	0,0000

которые обозначают соответственно текущее время анализа в минутах и текущее измеренное значение хроматографического сигнала (в вольтах или наноамперах);

- 7) Если нам нужно прервать измерение, то нажмем кнопку  еще раз и на вопрос системы о том, стоит ли прервать измерение, ответим “Да”. Если нужно начать сначала, то возвратимся на пункт 5). Измерение завершилось. Заголовок окна возвратился в “Мой первый анализ пестицидов (2)”;
- 8) Обработка хроматограммы производится с помощью окна обработки, где собраны все функции системы UniChrom по обработке



хроматограмм. Чтобы это окно появилось, нажмем кнопку . Мы



увидим окно с несколькими страницами, название которых говорят сами за себя: “Сглаживание”, “Поиск пиков”, “Правка пиков”, “Расчёт”, “Отчёт”, “Библиотека”. Внизу этого окна находятся кнопки [Применить] и [Закрыть]. При выборе соответствующей закладки в окне, нужных параметров для данной операции на листке этого “блокнота” и нажатии кнопки [Применить] выбранная операция применяется либо к фрагменту, либо к спектру;

- 9) В идеальном случае мы должны выбрать “Поиск пиков” и “Применить” его ко всему спектру;
- 10) При неправильной расстановке автоматикой пиков можно изменить параметры поиска или исправить их вручную с помощью “Правки пиков”;
- 11) Назвать пики (расставить их имена) можно в окне хроматограммы на страничке “Спектр”: двойной щелчок мышью на пике вызовет окно установки параметров пика (затем параметры можно “Запомнить” или “Отменить”), либо на страничке “Пики”: первая графа таблицы пиков содержит их имена, которые можно редактировать;
- 12) Расчёт концентраций веществ произведем с помощью окна обработки, выберем закладку “Расчёт” и “Применим” например “Внутреннюю нормализацию”;



- 13) Нажмем, наконец, кнопку  в панели инструментов и получим твердую копию отчёта в нужном нам количестве копий;
- 14) Если нужно сохранить хроматограмму для последующего



использования, нажмём кнопку , в открывшемся диалоге введём имя файла (например, “Мой первый анализ пестицидов. \$\$\$”), в котором мы хотим сохранить нашу хроматограмму и нажмём “Ввод”;

- 15) Закроем окно хроматограммы;
- 16) Работа окончена.

3.1.2. Попробуем это автоматизировать

Если полученные в предыдущем разделе результаты Вам понравились, можно автоматизировать их получение, насколько это возможно для Ваших измерений.



Для этого нажмём кнопку  и дальше будем выполнять то же, что и в предыдущем разделе, только не будем больше экспериментировать, а выполним именно те действия по измерению и обработке спектра, которые нужны для получения нашего отчёта.

- 1) Выполним пункты 1 – 8 из предыдущего раздела, только назовём наш анализ “Методика анализа пестицидов”;
- 2) Далее, при выполнении обработки (пункты 9 – 13) в окне обработки (то,



что появляется и исчезает при нажатии кнопки ) не забудем установить, щёлкнув в него мышкой один раз, флажок с надписью “Запись макро”. После этого всякое действие по обработке спектра и



печати отчёта будет записываться в "Метод" – последовательность действий, которая в дальнейшем будет исполняться автоматически по окончании измерения;

- 3) Выполните поиск пиков и дайте им имена, как делали это в пунктах 10 – 12;
- 4) Теперь выполните идентификацию пиков: в окне "Обработка", закладка "Библиотека". Выберите "Новая идентификация по времени удерживания", нажмите "Применить". Текущая расстановка пиков не должна поменяться, но действие по идентификации будет записано в метод;
- 5) Теперь можно выполнить расчёт концентраций и напечатать отчёт как в пунктах 13 – 14 предыдущего раздела. После этого не забудьте снять флажок "Запись макро". Окно обработки можно закрыть, оно нам больше в этом измерении не понадобится;
- 6) Щёлкнем мышкой на закладку "Метод" в окне спектра (не в окне обработки!) и просмотрим последовательность действий, которые будут выполняться при выполнении метода. Если в списке оказались лишние действия, их можно удалить. Также можно переставить действия местами, если есть необходимость;
- 7) Запишем файл анализа на диск под названием "Методика анализа пестицидов. \$\$\$" и закроем окно. Теперь у нас есть простая методика проведения измерения.

Чтобы выполнить измерение в соответствии с подготовленной методикой:

- 1) Нажмём кнопку  и откроем файл метода "Методика анализа пестицидов. \$\$\$";
- 2) Добавим измерительный слой к хроматограмме (кнопка );
- 3) В этом новом слое кнопкой  подготовим измерение, введём пробу и запустим измерение кнопкой на блоке АЦП;
- 4) По окончании измерения сигнала автоматически начнётся выполнение метода – последовательности действий, записанных ранее;
- 5) В случае правильного выполнения этой инструкции по окончании мы получим отчёт, напечатанный на принтере.





4. Справочная информация



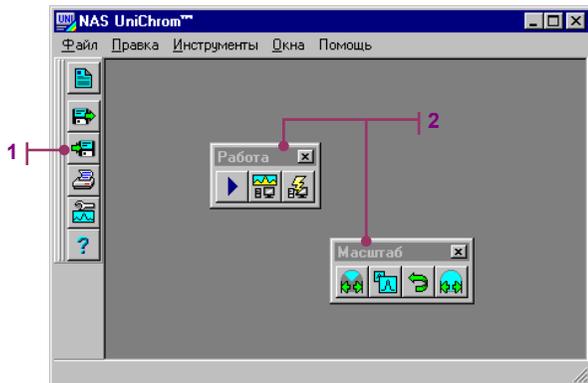


4.1.2. Настойка внешнего вида

Расположение и внешний вид панелей инструментов в окне UniChrom заданы не жёстко, их можно изменять (Рис. 27).

Рис. 27. Виды панелей инструментов

1 – присоединённая слева панель; 2 – плавающие панели.



Текущее расположение и внешний вид панелей инструментов в окне, а также размер и положение главного окна на экране автоматически сохраняются при каждом завершении сеанса работы с UniChrom и восстанавливаются при следующей загрузке программы.

Настройка панелей инструментов выполняется следующим образом:

- 1) Щёлкните правой кнопкой манипулятора в панель для выбора внешнего вида кнопок;
- 2) Дважды щёлкните границу панели инструментов для отрыва данной панели от окна;
- 3) Тяните плавающую панель к левой, правой или верхней границе рабочего стола для стыковки с окном программы. Присоединение к окну произойдёт автоматически.

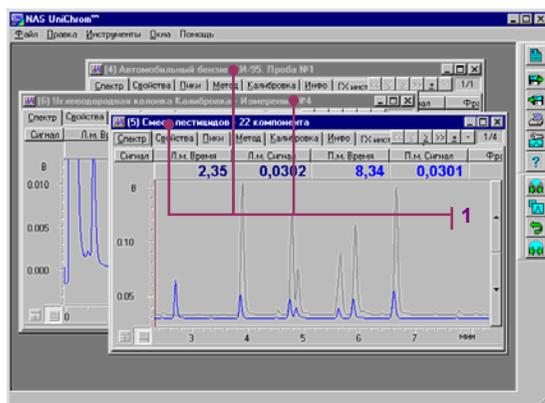
4.1.3. Объекты рабочего стола программы

Программа UniChrom является многодокументным (Multiple Document Interface, MDI) приложением для Windows, документами которого являются **Спектры**.

Спектры отображаются в окнах на рабочем столе программы:

Рис. 28. Спектры на рабочем столе

1 – окна спектров.



Число открытых спектров и спектров, хранимых на диске, ограничивается только свободной оперативной и дисковой памятью компьютера. Размер спектра зависит от количества общих и локальных свойств спектра, от наличия макросов в спектре (методики обработки), от общего числа пиков в спектре, калибровочных данных и сопроводительной информации о спектре, а также от частоты сбора данных, длительности и количества хроматограмм в спектре.

Существует примерная формула для расчёта размера (M) спектра в байтах:

$$M \approx 120 \cdot (2 \cdot t \cdot f \cdot N + P),$$

где N – число хроматограмм в спектре, t – длительность измерения в минутах, f – частота сбора данных в герцах, P – общее число пиков в спектре.

4.1.4. Меню программы

Меню программы UWin32.exe предназначено для ввода команд системы UniChrom. Ввод команды осуществляется выбором соответствующего элемента меню с помощью клавиатуры или манипулятора.



4.1.4.1. Стандартные методы работы с меню в Windows

Выбор команды меню манипулятором:

- 1) Установите указатель на пункт меню и нажмите левую кнопку мыши.
- 2) Установите указатель на пункт раскрывшегося подменю и опять нажмите левую кнопку мыши.
- 3) Для выхода из меню (отмены меню) щёлкните мышью в любое место экрана, свободное от меню.

Выбор команды меню клавиатурой:

- 1) Нажмите комбинацию клавиш [Alt]+ [подчёркнутая буква в строке меню];
- 2) Установите курсор меню на команду, используя навигационные клавиши [←], [↑], [↓], [→], и нажмите [Enter] или нажмите клавишу [подчёркнутая буква в подменю];
- 3) Для выхода из меню нажмите два раза клавишу [Esc].

Многие команды меню выполняются при нажатии “горячих” клавиш. Комбинации клавиш для команды обычно отображаются в подменю справа от названия команды.

4.1.4.2. Команды меню Файл

Команды	Результат применения
Новый метод	Открывает модальное диалоговое окно Новый метод для выбора типа устройства и создания соответствующего окна нового спектра.
Открыть	Открывает модальное диалоговое окно Открыть для чтения спектра с диска.
Сохранить	Открывает модальное диалоговое окно Сохранить как для записи активного спектра на диск, если спектр ранее не сохранялся. В противном случае команда просто перезаписывает спектр в уже существующий файл спектра.
Сохранить как	Открывает модальное диалоговое окно Сохранить как для записи активного спектра на диск.
Печать	Открывает модальное диалоговое окно Печать для настройки принтера, выбора числа копий «быстрого» отчёта для активного спектра и вывода этих копий отчёта на печатающее устройство.
Параметры печати	Открывает модальное диалоговое окно Печать для настройки принтера и задания ориентации бумаги – книжная  или альбомная  – на время сеанса работы с системой UniChrom.



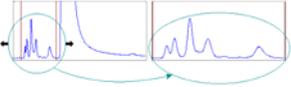
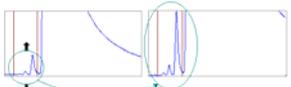
4.1.4.3. Команды меню Правка

Все операции меню **Правка** применяются к активному спектру.

Команды	Результат применения
Копировать	<ul style="list-style-type: none">– Копирует в буфер Clipboard выделенные ячейки таблицы с активной вкладки спектра Пики;– Копирует текущую картинку хроматограмм в формате *.wmf в буфер Clipboard с активной вкладки Спектр.
Вставить	Вставляет текст из буфера Clipboard в выделенные ячейки таблицы активной вкладки спектра Пики .
Копировать слой	Создаёт невидимую для пользователя ссылку в программе системы ЮниХром на картинку и пики текущего слоя спектра. Ссылка используется в дальнейшем для выполнения команды Вставить слой .
Вставить слой	Вставляет в позицию текущего слоя спектра картинку и пики по ссылке, созданной командой Копировать слой . Все слои, включая текущий слой спектра, сдвигаются на шаг вперёд.

4.1.4.4. Команды меню Инструменты

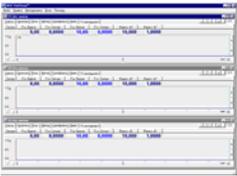
Все операции меню **Инструменты**, за исключением команд **Обработка** и **Панели**, применяются к активному спектру.

Команды	Результат применения
Измерение	Последовательное применение команды: <ol style="list-style-type: none">1. подготавливает спектр к измерению хроматограммы;2. стартует измерение;3. останавливает измерение.
Фрагмент 	Выполняет горизонтально масштабирование фрагмента хроматограммы. Фрагмент хроматограммы, заключённый между маркерами, растягивается до границ окна.
Приблизить 	Выполняет вертикальное масштабирование фрагмента хроматограммы. Верхняя и нижняя точки фрагмента (максимум и минимум интенсивности) растягиваются к верхнему и нижнему краю окна.



Команды	Результат применения
Восстановить	<ul style="list-style-type: none"> – Восстанавливает полный горизонтальный и вертикальный масштаб хроматограммы; – Очищает список операций Отмена.
Назад	<ul style="list-style-type: none"> – Последовательно восстанавливает предыдущие состояния масштаба и сглаживания хроматограммы, а также состояния пиков на хроматограмме после их автоматического поиска и удаления; – Уменьшает счётчик списка операций Отмена на единицу.
Маркер (L/R)	Последовательно переключает активность левого (красного) и правого (сине-зелёного) маркеров в окне спектра
Обработка	Показывает немодальное диалоговое окно Обработка для выполнения операций сглаживания хроматограммы, разметки хроматограммы на пики, идентификации компонентов, расчёта концентраций, отчёта и других
Старт метода	Запуск сценария обработки хроматограммы, начиная с операции помеченной красным курсором на вкладке спектра Метод
Настройки	Открывает модальное диалоговое окно Выбор инструмента , которое позволит выбрать текущее оборудование для анализа
Панели	Прячет и показывает панели инструментов программы UniChrom

4.1.4.5. Команды меню Окна

Команды	Результат применения
Все горизонтально 	Размещает окна спектров на рабочем столе программы горизонтальной мозаикой. Заголовок активного окна подсвечивается.



Команды	Результат применения
Все вертикально 	Размещает окна спектров на рабочем столе программы вертикальной мозаикой. Заголовок активного окна подсвечивается.
Каскад 	Размещает окна спектров на рабочем столе программы каскадом (одно под другим). Активное окно с подсвеченным заголовком отображается на переднем плане.
Иконки в порядок	Упорядочивает расположение свёрнутых окон на рабочем столе программы.
Закрыть все	Последовательно закрывает все открытые окна спектров. При наличии изменённых данных у какого-либо спектра появится сообщение с предложением записать изменения на диск.
Список названий открытых спектров	Активирует окно спектра с соответствующим названием.

4.1.4.6. Команды меню Помощь

Команды	Результат применения
Содержание	Открывает немодальное диалоговое окно Справочная система для получения информации по работе с системой UniChrom.
О системе	Открывает модальное окно с электронными адресами и телефонными номерами ООО «Новые аналитические системы», с информацией о версии программы системы UniChrom и прочим.

4.1.5. Панели инструментов

Наиболее часто используемые команды и операции системы UniChrom вынесены на панели инструментов в виде кнопок.

Для выполнения команды, связанной с кнопкой, необходимо установить указатель на данный объект и нажать левую кнопку мыши.



Каждая кнопка на панели инструментов имеет свой Hint (намёк или краткая информация о назначении объекта). Hint кнопки отображается под курсором манипулятора и в строке состояния программы каждый раз, когда указатель указывает на данную кнопку:

Кнопка	Команда меню	Назначение
	Новый метод	Открывает новое окно спектра. Спектр создаётся в соответствии с шаблоном default. \$\$\$.
	Открыть	Загружает хроматограммы из файла на диске.
	Сохранить	Сохраняет содержимое окна в файле на диске.
	Печать	Печатает "быстрый" отчёт, содержащий таблицу общих свойств спектра, текущую картинку хроматограммы и простую таблицу концентраций.
	Настройки	Предлагает выбрать устройство сбора данных, настройки которого соответствуют текущему анализу.
	Содержание	Вызывает справку.
	Фрагмент	Выполняет горизонтальное масштабирование хроматограммы.
	Приблизить	Выполняет вертикальное масштабирование хроматограммы.
	Назад	Отмена последней операции масштабирования и сглаживания хроматограммы, автоматического поиска и удаления пиков.
	Восстановить	Восстанавливает исходный масштаб хроматограммы.
	Измерение	Подготавливает спектр к измерению, стартует измерение и останавливает измерение.
	Обработка	Показывает окно Обработка для выполнения сглаживания, разметки, идентификации и других операций с хроматограммами.
	Старт метода	Выполняет макросы обработки хроматограммы, отображаемые на вкладке спектра Метод .



4.2. Спектры в системе UniChrom

Спектры являются документами программы UniChrom.

Спектры подготавливаются и индицируются в специальном окне спектра на рабочем столе программы и хранятся в файлах с расширениями *.\$\$. Поэтому термин “спектр” часто используется как синоним файла, содержащего набор хроматографических данных, и как синоним окна спектра, в котором этот набор хроматографических данных отображается.

4.2.1. Структура спектра

Спектр в системе UniChrom представляет собой структурированный объект данных, содержащий следующую хроматографическую информацию:

- пакет хроматограмм;
- общие и локальные свойства хроматограмм;
- таблицы пиков с параметрами для каждой хроматограммы пакета;
- макросы обработки хроматограмм;
- калибровки для каждого отдельного компонента;
- параметры анализа и настройки аналитического оборудования;
- комментарии к спектру.

По своей структуре спектр является хроматографической базой данных, которая включает в себя общие для спектра данные и таблицу, содержащую записи хроматограмм.

Рис. 29. Структура спектра в системе UniChrom

Общие свойства спектра		Параметры анализа и настройки аналитического оборудования		Механизмы калибровки		Макросы обработки хроматограмм	
Слой	Свойства хроматограммы	Хроматограмма		Таблица пиков			
1							
▶ 2							
...							
N							
*							
Информационный лист							

Общие для спектра данные состоят из следующих полей:

- 1) Общие свойства спектра.
К таким свойствам относятся имя файла данных, общее название спектра, число хроматограмм в спектре и их длительность, текущее устройство, номер канала и частота сбора данных, настройки диапазонов и единиц измерений, дата и время модификации спектра, а также параметры хроматографической колонки, параметры пробы и другие.
Многие из перечисленных выше свойств являются обязательными при анализе и, поэтому, жёстко встроены в структуру спектра. Они называются системными свойствами.



Кроме общих системных свойств в файле спектра хранятся общие пользовательские свойства, предназначенные для решения специальных задач.

- 2) Макросы обработки хроматограмм
Макросы или методы (сценарии) обработки хроматограмм в системе UniChrom это списки последовательных команд и операций, которые выполняются при обработке однотипных хроматограмм в автоматическом режиме. Элементами макросов являются настроенные методы аппроксимации, интегрирования, идентификации и расчёта хроматограмм, способы выбора формы отчётов и способы их выполнения, а также другие команды и операции.
- 3) Калибровки для каждого отдельного компонента.
Абсолютные и относительные, одноточечные и многоточечные, линейные и нелинейные калибровки по площадям и высотам строятся и хранятся для каждого выбранного компонента из общего списка пиков в спектре. Первичные данные для калибровки – площади и высоты пиков, концентрации компонентов – содержатся в таблицах слоёв спектра. Вторичные данные – тип и характер градуировочной зависимости, коэффициенты аппроксимации градуировочной зависимости, статистические и другие параметры калибровки – содержатся в поле спектра “Механизмы калибровки”.
- 4) Параметры анализа и настройки аналитического оборудования.
В данном поле содержатся сведения о типе устройства, используемого при анализе, и параметры режима анализа. Для газовых хроматографов в общем случае определены температуры зон нагрева и, в том числе, температурная программа термостата колонки, давления и расходы газов, а также параметры автоматического ввода пробы и режима экономии газа-носителя. Для жидкостных хроматографов – параметры насосов и градиент потоков.
- 5) Комментарии к спектру.
В дополнение к общим и локальным свойствам хроматограмм в спектре имеется информационный лист, в котором отражается общая неструктурированная текстовая информация о спектре и методе анализа, пояснения и комментарии к измеренным данным, и прочие сведения.

Таблица хроматограмм содержит набор записей, называемых слоями спектра. Каждая отдельная запись данных состоит из следующих отдельных полей:

- 1) Хроматограмма.
Каждая хроматограмма спектра хранится в виде последовательного набора чисел (точек), представляющих собой выборку сигнала детектора через равные промежутки времени. Количество измеренных точек определяется длительностью хроматограммы и частотой измерения.
- 2) Локальные свойства хроматограммы.
Каждая хроматограмма в спектре имеет своё индивидуальное название. В случаях, когда метод требует выполнения одновременных измерений по нескольким каналам, хроматограммы спектра будут отличаться номером измерительного канала. Допускается создавать и хранить в файле спектра другие пользовательские свойства, предназначенные для решения специальных задач.



- 3) Таблица пиков со специальными хроматографическими и общими физико-химическими свойствами компонентов. В общем случае содержание таблиц пиков индивидуально для каждой хроматограммы спектра. Таблицы содержат такие хроматографические поля, как название пика, время выхода, начало и конец пика, площадь, высота, концентрации объёмная, массовая, молярная, титр и молярность, коэффициент чувствительности, групповой коэффициент и индекс удерживания. Таблицы содержат также поля с физико-химическими свойствами компонентов. Это молекулярная масса, температура кипения и плотность. В таблицах отражаются такие состояния пиков, как “репер”, “точка калибровки” и другие.

4.2.2. Различные применения спектров

Спектры в системе UniChrom, в зависимости от их применения, рассматриваются и используются в разном качестве.

4.2.2.1. Метод анализа

Спектр с заполненными полями данных является готовым методом анализа.

Все перечисленные выше данные спектра хранятся в одном файле. При загрузке спектра с диска восстанавливается полная картина метода хроматографического анализа, что даёт возможность воспроизведения данного анализа повторно с получением идентичных результатов.

Для выполнения метода необходимо открыть данный спектр и выполнить указанную в описании к методу серию измерений. По окончании измерений автоматически выполняются макросы обработки хроматограмм и создаётся отчёт.

4.2.2.2. Шаблон анализов

Спектр как метод анализа является шаблоном для других анализов.

Все поля спектра редактируются и модифицируются. Благодаря этому любой метод анализа может быть адаптирован к другому анализу. Необязательно создавать новый спектр и заполнять его поля с нуля. Достаточно открыть готовый спектр и изменить часть его параметров.

В системе UniChrom при создании новых спектров используется по умолчанию системный шаблон с именем default.***. Допускается изменение и настройка этого шаблона в соответствии с текущими задачами.

4.2.2.3. Хроматограмма

В простейшем случае спектр рассматривается как простая хроматограмма или пачка разных хроматограмм, для которых нет единого сценария обработки или этот сценарий не определён. Измеренные данные просматриваются и обрабатываются пользователем вручную с использованием средств системы UniChrom.



4.2.2.4. Библиотека пиков

Спектр рассматриваться как библиотека хроматографических пиков. Библиотека пиков определена, если хотя бы одна хроматограмма в спектре проинтегрирована и для неё существует непустая таблица пиков.

Библиотеки пиков используются для идентификации компонентов однотипных хроматограмм.



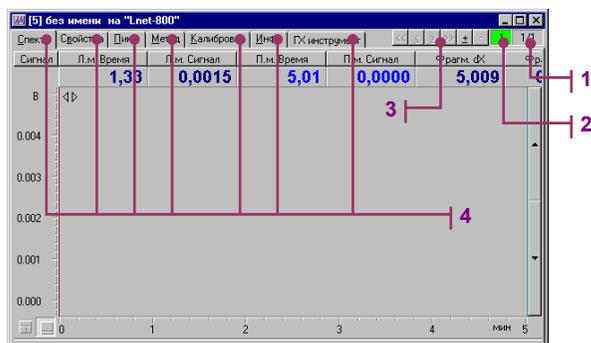
4.3. Окно спектра

Окно спектра появляется на рабочем столе программы при создании нового метода анализа и при загрузке метода с диска.

Ниже приводится стандартный вид окна спектра.

Рис. 30. Общий вид и элементы управления окна спектра

1 – индикатор текущего слоя; 2 – индикатор состояния спектра; 3 – навигатор слоёв; 4 – вкладки спектра: “Спектр”, “Свойства”, “Пики”, “Метод”, “Калибровка”, “Информация”, “Инструмент”, “Слой”.



4.3.1. Общие сведения об элементах управления окна

Стандартные элементы – заголовок, системные кнопки, системное меню и рамка – предназначены для управления состоянием, размерами и положением окна на рабочем столе программы.

Вкладки спектра (закладки, страницы или листы) отображают все данные метода анализа и содержат элементы управления этими данными.

Навигатор слоёв и индикатор текущего слоя используются для управления слоями спектра.

Индикатор состояния спектра показывает, в каких слоях спектра ожидается старт измерения или уже идёт регистрация хроматограммы.



4.3.2. Состояния спектра

Спектр может находиться в следующих состояниях:

ID ¹³	Состояние спектра	Пояснение
A	Ожидание	Спектр готов к измерению и ожидает нажатия кнопки Старт на приборе.
B	Измерение	Нажата кнопка Старт на приборе. Спектр находится в режиме сбора данных.
C	Свободный	Спектр не ожидает старта и не измеряет.

4.3.3. Информация о спектре в заголовке окна

В заголовке окна спектра отображаются через пробел значения свойств спектра:

- номер измерительного канала для активного слоя спектра (Channel);
- имя спектра (Name);
- название текущего слоя (CurLayDesc).

Номер измерительного канала заключён в скобки.

Вид скобок, в которые заключён номер канала, информирует о состоянии спектра:

Вид скобок	Состояние спектра
() – круглые	Свободный.
// – круглые	Ожидание.
[] – квадратные	Измерение.

Если спектр находится в развёрнутом состоянии, то указанная выше информация помещается в заголовок окна программы.

4.3.4. Навигатор слоёв

Навигатор слоёв предназначен для добавления и удаления слоёв в спектре, а также для путешествия по слоям спектра.

¹³ Идентификатор (identifier) состояния спектра



4.3.4.1. Команды навигатора

Изображение и назначение кнопок навигатора следующие:

Кнопка	Команда	Назначение
	Первый слой	Выполняет переход к первому слою спектра.
	Предыдущий слой	Выполняет переход к предыдущему слою спектра.
	Следующий слой	Выполняет переход к следующему слою спектра.
	Последний слой	Выполняет переход к последнему слою спектра.
	Вставить слой	Вставляет новый слой следом за текущим и выполняет переход к созданному слою. Все слои, которые находились после текущего слоя, сдвигаются на один шаг вперёд.
	Удалить слой	Удаляет текущий слой и выполняет переход к слою, который следует за удалённым. Все слои, следующие за удалённым, сдвигаются на один шаг назад. Перед удалением появится сообщение с вопросом для подтверждения операции удаления слоя.

4.3.4.2. Особенности работы со слоями

Операции добавления, удаления и переходов по слоям осуществляются независимо от текущей открытой страницы спектра и состояния спектра.

Вкладки **Спектр** и **Пики** автоматически обновляются при выполнении операций навигатора. Их содержимое всегда соответствует текущему слою. Значения локальных свойств на вкладке **Свойства** также изменяются от слоя к слою.

При удалении слоя, в котором идёт измерение хроматограммы, стандартное сообщение с призывом сохранить измеренные данные не появляется.

Восстановить удалённый слой невозможно.

По умолчанию при создании нового окна спектра число слоёв задаётся равным единице. В этот момент доступна только команда **Вставить слой**. Как только будет увеличено количество слоёв, станут доступными команды перемещения по слоям и команда **Удалить слой**.

4.3.4.3. Управление навигатором с помощью мыши и клавиатуры

Управление навигатором осуществляется как манипулятором, так и клавиатурой.

Для выполнения команды манипулятором щёлкните мышью в соответствующую кнопку навигатора.



Выполнение команд с помощью клавиатуры осуществляется нажатием комбинации клавиш [Alt]+[Shift]+[подчёркнутый символ в названии кнопки] или

- 1) Клавишами [Tab], [Shift]+[Tab] или [Ctrl]+[Tab], в зависимости от того, какой объект экрана в данный момент имеет фокус, переместите фокус на кнопку навигатора слоёв. Фокус на кнопке отображается пунктиром, опоясывающим название кнопки.
- 2) Клавишами [←], [↑], [↓] и [→] установите фокус на требуемую кнопку и нажмите [Enter].

4.3.5. Индикатор текущего слоя

Индикатор содержит две цифры, разделённые наклонной чертой. Первая цифра указывает номер текущего слоя. Вторая цифра показывает полное число слоёв в спектре.

4.3.6. Индикатор состояния спектра

Индикатор состояния спектра находится между навигатором слоёв и индикатором текущего слоя.

Внешний вид индикатора зависит от состояния спектра следующим образом:

Цвет индикатора	Состояние спектра
Красный	Ожидание.
Зелёный	Измерение.
Невидимый	Свободный.

Внутри индикатора через запятую отображаются номера слоёв спектра, в которых подготавливается и выполняется регистрация сигнала детектора.

4.3.7. Общие методы работы с вкладками спектра

Спектр содержит следующие вкладки:

Страница	Содержание
1. Спектр	Хроматограммы спектра.
2. Свойства / Паспорт	Таблицы общих и локальных свойств спектра / Паспорт хроматограмм спектра.
3. Пики	Таблицы пиков.
4. Метод	Макросы обработки хроматограмм.
5. Калибровка	Калибровочные графики и параметры.
6. Инфо	Комментарии к спектру.



Страница	Содержание
7. ГХ / ЖХ инструмент	Параметры газового хроматографа / Параметры жидкостного хроматографа.
8. Слои	Параметры хроматограммы, записанной в данном слое.

Пользователь имеет доступ ко всем страницам спектра в любой момент времени для просмотра соответствующей информации и её редактирования.

Наличие и вид инструментальной вкладки в окне спектра определяются текущим для данного окна типом устройства. Если при создании спектра выбран тип устройства **АЦП** , то инструментальная вкладка в окне спектра не отображается.

Переход к страницам спектра осуществляется щелчком мыши на соответствующие закладки спектра.

Переход к страницам без использования манипулятора осуществляется нажатием комбинации клавиш [Alt]+[подчёркнутая буква в названии страницы] или клавишами [Tab], [Shift]+[Tab], [Ctrl]+[Tab] и навигационными клавишами [←], [↑], [↓] и [→] в зависимости от того, какой объект экрана в данный момент имеет фокус.

Фокус на закладке отображается пунктиром, опоясывающим название страницы.

4.4. Страница спектра

Каждый раз, когда Вы создаете новый спектр или загружаете последний из файла, в окне спектра по умолчанию устанавливается активной¹⁴ страница спектра – страница, на которой отображается хроматограмма. Очевидно, что при создании нового спектра никаких измеренных данных нет. Отсутствие же каких-либо данных отображается на графике горизонтальной линией с нулевой интенсивностью. Аналогичная ситуация наблюдается и при создании нового слоя спектра.

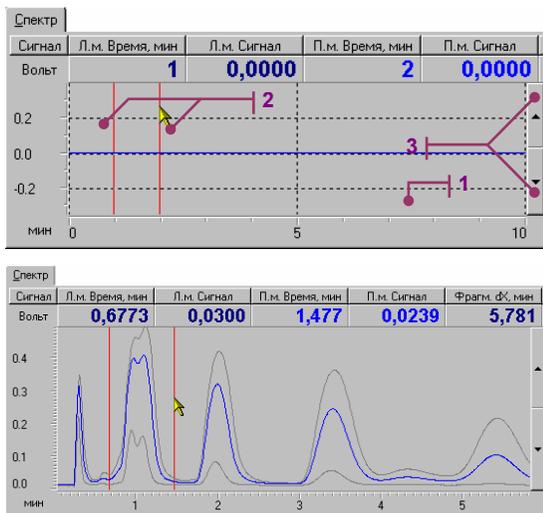
Как только Вы запустите измерение, на графике начнут отображаться реальные измеряемые данные.

Программное обеспечение системы UniChrom позволяет контролировать процессы измерения и детально рассматривать каждую хроматограмму спектра.

¹⁴ Активная страница спектра - это видимая страница, которую Вы непосредственно наблюдаете в окне спектра.

Рис. 31. Страница спектра

1 – область отображения хроматограммы (дисплей окна спектра); 2 – маркеры; 3 – кнопки изменения вертикального масштаба.



Перемещение маркеров по графику спектра можно производить клавишами клавиатуры со стрелками или мышкой.

- [\leftarrow], [\rightarrow] – на один шаг влево (вправо). Шаг по времени равен периоду опроса АЦП (1/частота опроса АЦП) в единицах оси X (минутах или секундах);
- [Ctrl] + [\leftarrow], [Ctrl] + [\rightarrow] – (быстрое перемещение) на 1/20-ю часть видимой области спектра;
- [Ctrl] + [Shift] + [\rightarrow], [Ctrl] + [Shift] + [\leftarrow] – растяжение (сжатие) графика по горизонтали при неподвижной левой границе;
- [Ctrl] + [T] – переключение между маркерами, клавиатурой управляется только один маркер – активный;
- Нажатие (щелчок) левой или правой кнопки мыши в нужной точке переместит туда левый или правый маркер.

4.4.1. Управление отображением (масштабом) графика

Управлять отображением графика можно следующими способами:

- 1) Перетянуть¹⁵ ось X или ось Y на нужное количество делений шкалы вправо или влево для оси X, (вверх или вниз) для оси Y.

¹⁵ Перетянуть – это означает нажать на указанном объекте левую кнопку мыши и, не отпуская, переместить в нужную точку. Затем левую кнопку мыши надо отпустить

- 2) Переместить фрагмент просмотра вправо или влево (сдвинуть видимое окошко на величину фрагмента) можно комбинациями клавиш: левый [Shift] + [←] или [→].
- 3) Выделить горизонтальный фрагмент можно кнопкой  в панели инструментов или комбинацией клавиш [Ctrl]+[F].
- 4) Отнормировать по Y (изменить масштаб так, чтобы выбранный фрагмент не уходил за верхний или нижний край окна) можно кнопкой  в панели инструментов или комбинацией клавиш [Ctrl]+[W].
- 5) Рассмотреть поближе прямоугольный регион графика нужно воспользоваться “резиновой рамкой”.
- 6) Изменить масштаб по Y с помощью *кнопок масштабирования*, либо клавишами [↑] или [↓].
- 7) Изменить параметры отображения можно с помощью всплывающего меню, которое появляется при нажатии правой кнопкой мыши на ось X или на ось Y.

Если спектр многослойный, то перемещаться по слоям можно с помощью браузера. Текущий слой спектра всегда изображается **синим** цветом, остальные слои (в режиме просмотра всех слоев) - **темно-серым**. Обращается только текущий слой. Слой спектра, в котором идет измерение, отображается только до того значения оси X, которое соответствует прошедшему с момента старта промежутку времени.

4.4.2. Маркеры

Маркер – вертикальная линия, изображающая позицию на графике. При изменении положения маркера изменяется соответствующее ему значение на дисплее данных. Маркеров два – левый и правый (левый и правый соответствуют кнопке мыши, используемой для управления ими, а не относительному их расположению). Обычно маркеры окрашены в красный и зеленовато-голубой цвета соответственно.

4.4.3. Дисплей данных

Дисплей данных – две пары окон (соответственно для левого и правого маркеров), которые показывают положение маркера на оси X и значение сигнала в указанной точке. Кроме этого указываются еще ширина видимого фрагмента в минутах (секундах) и его высота в единицах оси Y. Кроме этих значений, в строке статуса отображаются еще два.

Если маркер мыши находится над **Фарм. dX**, мин, то в строке статуса показано состояние между маркерами в мин.

Если маркер мыши находится над **Фарм. dY**, то в строке статуса показана разность высот в точках, где находятся маркеры в единицах оси Y.

Л.м. Время, мин	Л.м. Сигнал	П.м. Время, мин	П.м. Сигнал	Фрагм. dX, мин	Фрагм. dY
1	0,0000	2	0,0000	10,000	1,0000

При нажатии правой кнопкой мыши на окошки, содержащие значения интенсивности появляется контекстное меню, в котором можно выбрать количество отображаемых в этом окошке значащих цифр (количество знаков после запятой).

4.4.4. Ось Y

В окне спектра – шкала отображаемых значений интенсивности. Принято при работе с детектором по теплопроводности (ДТП – катарометр) сигнал отображать в вольтах, а при работе с ионизационными детекторами (ПИД, ТИД, ЭЗД, ФИД и ПФД) сигнал отображать в наноамперах. Настройка отображаемых значений осуществляется в закладке **Свойства** присвоением значению переменной UnitType значения 0 для В и 1 для нА. При перетягивании оси левой кнопкой мышки отображаемая часть спектра сдвинется в соответствующую сторону. Нажатие правой кнопкой мышки на ось показывает меню выбора режима просмотра спектра.

4.4.5. Ось X

В окне спектра - шкала отображаемых значений спектральной единицы, например, времени. Настройка отображаемых значений осуществляется в закладке **Свойства** присвоением значению переменной UnitType значения 0 для мин и 1 для сек. Если выбранный для просмотра фрагмент меньше чем весь диапазон спектра, то ось можно потянуть левой кнопкой мышки, и посмотреть что находится справа или слева. Нажатие правой кнопкой мышки на ось показывает меню выбора режима просмотра спектра.

4.4.6. Стрелки масштабирования спектра

Стрелки масштабирования спектра предназначены для увеличения (уменьшения) масштаба для видимой части спектра. Помимо этих стрелок для

изменения масштаба может использоваться кнопка  в панели инструментов, а также “резиновая рамка”.

4.4.7. "Резиновая рамка"

“Резиновая рамка” – наиболее распространенный способ выделения региона спектра для просмотра. При нажатой клавише [Shift] и левой кнопке мыши внутри графика нужно растянуть “резиновую рамку” до размера того региона, который хочется рассмотреть. После отпущения кнопки мыши заданный фрагмент будет перерисован в указанном масштабе. Это же действие можно выполнить и без клавиатуры – просто держите нажатыми обе клавиши мыши одновременно.

Примечание: В последних версиях программы резиновую рамку можно активизировать и с помощью одной левой кнопки мыши.

4.4.8. Дисплей окна или область графика

Это область, где нарисован спектр. График данных текущего слоя спектра всегда **синего** цвета. Остальные слои, если они видны, по умолчанию темно-серого цвета. Цвета графиков каждого слоя можно задавать

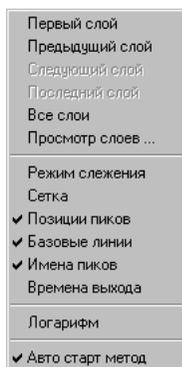
индивидуально. Слой спектра, в котором идет измерение, рисуется только до той точки, до которой “померились” данные. В области графика можно производить визуальное редактирование пиков.

- Чтобы установить пик во фрагменте (между маркерами) необходимо нажать [Ctrl] + [+].
- Чтобы удалить группу пиков во фрагменте необходимо нажать [Ctrl] + [-].
- Чтобы расцепить пик на два пика в точке, где находится активный маркер, необходимо нажать [Ctrl] + [J].
- Чтобы изменить базовую линию какого-либо пика нужно установить маркер внутри этого пика и при нажатой клавише [Alt] + [левая клавиша мыши] переместить левую или правую границу пика (в зависимости от того, за какую из них схватились) в нужную точку.
- Чтобы вызвать окно информации о пике нужно дважды щелкнуть мышкой внутри границ пика либо, подведя маркер внутрь границ пика нажать на клавиатуре [Ctrl]+[↵ Enter].

4.4.9. Меню параметров отображения

Всплывающее меню, которое появляется при нажатии правой клавишей мыши на ось X или ось Y. Содержит команды для перемещения по слоям спектра, а также переключатели, управляющие:

- Отображением элементов контура пика – позиции, базовой линии, имени пика (их можно включить либо выключить);
- Отображением нескольких слоев – можно выбрать произвольное количество слоев для просмотра.
- Отображением сетки на графике.
- Режимом слежения; Режим слежения позволяет во время измерения наблюдать текущую точку (момент времени). Масштаб по вертикали и по горизонтали будет изменяться автоматически.
- Логарифмическим отображением оси Y.



Переключатель **Авто старт метод** позволяет разрешить или запретить автоматический запуск метода по окончании измерения.

4.5. Страница свойств спектра

Свойства спектра служат для управления процессом регистрации спектра, а также для хранения данных пользователя. Сущность свойства можно пояснить схемой:

Название свойства, необходимо лишь для характеристики этих данных для пользователя.

Собственно данные, которые можно редактировать на странице свойств.

Уникальный идентификатор, по которому система UniChrom различает свойства и предоставляет для других программ (Word, Excel...).

На Рис. 32 изображен примерный набор параметров, которые может использовать оператор.

Рис. 32. Страница свойств спектра

1 – описание параметра; 2 – значение параметра; 3 – внутреннее наименование параметра.

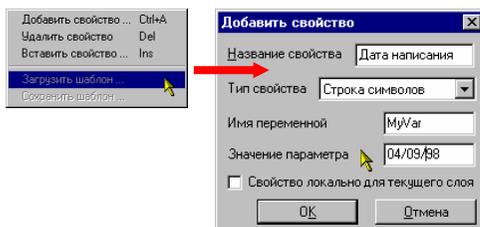
Параметр	Значение	Имя
1. Название спектра	БИБЛИОТЕКА КОМПОНЕНТОВ: БСХЗМНА	Name
2. Файл	\\Ваш\С:\Program Files\Мозер\Библиотека компонентов\БСХЗМНА \$\$\$	PathName
3. Название библиотеки	Qualitative Reference Alkylate Standard No. 4-6267	CalAcName
4. Количество хромограмм в спектре	5	Labels
5. № хромограммы	4	CalLabel
6. Длина волны измерения, нм	70	Wavelength
7. Период измерения, мин (20 Гц)	0,00083333333	WStep
8. Инструмент	Novatek Packard 5690 Series II	Instrument
9. Тип детектора	FID	Detector
10. Колонка	HP1 No 110002Z-115	ColumnID
11. Лейнер	HP No 13251-60540	LinID
12. Температура детектора, °C	300	Td
13. Температура испарителя, °C	250	Ti
14. Программа температурной термостабильности	HT 25 °C, DHT 18 мин, OGRP 9°C/мин, KT 200°C	Tc
15. Газ-носитель	Гелий	Gas
16. Давление газа-носителя на входе в колонку, атм	60	PA
17. Расход газа-носителя через колонку при 25°C, мл/мин	1,06	Sh
18. Давление лотка при 25°C	100	Sp
19. Расход водорода, мл/мин	30	Shp
20. Расход воздуха, мл/мин	330	Sai
21. Дата модификации	01.09.98	Date
22. Время модификации	15.25.49	Time
23. Оператор	Григорьев И.К.	Op

Изменять можно записанные в столбце “Параметр” названия свойств, и записанные в столбце “Значение” значения свойств.

Различают системные и пользовательские свойства спектра. Системные свойства имеют подчеркнутое Имя в таблице свойств и предназначены для прямого изменения параметров измерительной системы. Пользовательские свойства предназначены для хранения произвольной информации либо используются некоторыми методами расчёта (см. обработка спектра, расчёт токсинов).

Порядок следования свойств в таблице значения не имеет, изменяется он перетаскиванием строки таблицы мышкой за номер свойства.

Добавление новых свойств, удаление ненужных производится через контекстное меню, которое появляется при нажатии правой клавишей мышки на таблицу свойств.



Удаление свойства приводит лишь к тому, что Вы лишаете себя возможности редактирования системного свойства или уничтожаете свои данные в пользовательском свойстве. Все эти операции происходят в оперативной памяти компьютера, поэтому изменения будут сохранены, только если Вы запишете исправленный спектр на диск. Созданные Вами свойства могут принадлежать как спектру в целом, так и каждому слою в отдельности. Предположим, что каждый анализ проводится в различные дни, и вы хотели бы точно знать, когда записан каждый слой спектра. Для этого следует в окне добавления свойства указать переключателем (см. рисунок), что свойство локально для текущего слоя. Локальные свойства доступны для редактирования только в том слое спектра, где они существуют. В таблице свойств они отображаются **синим цветом**. Локальные свойства спектра также могут быть пользовательскими и системными. Локальные системные свойства позволяют менять параметры слоя спектра, к которому они принадлежат.

В ниже приведенной таблице представлены наиболее важные системные свойства спектра:

Название свойства	Имя переменной	Описание свойства (назначение)
Имя спектра	<u>Name</u>	Строка, содержащая имя спектра.
Название текущего слоя	<u>CurLayDesc</u>	Строка. Свойство, локальное для каждого слоя спектра – обычно название образца.
Конец спектра	<u>Xend</u>	Вещественное число, указывающее конец спектра в единицах оси X. Если Xstart=0, то это длительность хроматограммы.



Название свойства	Имя переменной	Описание свойства (назначение)
Шаг спектра	<u>Xstep</u>	Вещественное число, указывающее период измерения в минутах, как правило, оно изменяется автоматически при начале измерения по выбранному каналу (может отсутствовать, так как он определяется не пользователем, а используемым измерительным устройством).
Частота измерений, Гц	<u>Freq</u>	Вещественное число. Частота измерений (количество отсчетов данных в секунду). Устанавливается автоматически при начале измерения.
Инструмент	<u>Iname</u>	Строка – название аналитического инструмента, с которым работает это окно (указывается при конфигурации инструментов). Например – "L-net".
Канал	<u>Channel</u>	Число – номер измерительного канала выбранного инструмента для текущего слоя.
Активный слой	<u>CurrLayer</u>	Число – номер текущего слоя. Все операции выполняются только над ним.
Число слоев	<u>Layers</u>	Число. Количество одинаковых по длительности спектров, хранящихся в этом документе.
Полярность сигнала детектора	<u>Polarity</u>	Строка ("+" или "-"). Полярность сигнала снимаемого с измерительного устройства. Предназначено для биполярных выходов инструментов, если нет возможности или желания переключить полярность аппаратно.
Режим фильтрации	<u>FilterMode</u>	Число (0 или 1). Включение активного (программного) фильтра во время получения данных (измерения).
Апертура фильтрации	<u>FAperture</u>	Число (от 2 до 100) последовательно расположенных точек хроматограммы, по которым происходит сглаживание.
Файл	<u>FileName</u>	Строка. Имя файла, из которого был загружен спектр.



Название свойства	Имя переменной	Описание свойства (назначение)
Тип метода	<u>MethodType</u>	Целое число. 0 – GX метод, 1 – ЖХ метод, 2 – АЦП метод. Это свойство может использоваться для преобразования одного метода в другой.
Единицы оси времени	<u>xUnitType</u>	Целое число. 0 – минуты, 1 – секунды.
	<u>xUnit</u>	Строковое представление единиц времени (мин – минуты, с – секунды)
Единицы амплитуды	<u>UnitType</u>	Целое число. 0 – вольты, 1 – наноамперы, 2 – отсчеты АЦП.
Единицы амплитуды	<u>yUnit</u>	Строка, передающая название единиц интенсивности сигнала. В – Вольт, nA – наноампер, ADC – отсчеты АЦП (точки).
Единицы площади	<u>UnitCap</u>	Строка, передающая размерность единиц измерения площади. Зависит от установленных единиц времени и единиц амплитуды. Например: мВ*мин, пА*с, mADC*мин, мВ*с и т. п.
Коэффициент перевода числа АЦП в единицы интенсивности	<u>Yconv</u>	Вещественное число. Коэффициент, показывающий, сколько единиц интенсивности приходится на один отсчет АЦП.
Дата изменения	<u>Date</u>	Дата последней регистрации текущего слоя спектра.
Время изменения	<u>Time</u>	Время последней регистрации текущего слоя спектра.
Режим автоматического старта метода	<u>AutoStartMethod</u>	Разрешить или запретить автоматический запуск метода по окончании измерения.
Завершение анализа по концу температурной программы	<u>StopOnProgDone</u>	0 – не завершать измерение по окончании температурной программы, 1 – завершить измерения в момент окончания температурной программы.
Разрешить автоматическое переключение диапазона	<u>RangeMode</u>	Разрешает (1) или запрещает (0) использование автоматического переключения диапазона.



Название свойства	Имя переменной	Описание свойства (назначение)
Коэффициент переключения диапазона	<u>RangeScale</u>	Величина (вещественное число), указывающая отношение коэффициентов чувствительности диапазонов (если поддерживается аппаратурой).
Режим фильтрации измеренных данных	<u>FilterMode</u>	0 – медианная фильтрация выключена, 1 – включена.
Апертура фильтра	<u>FAperture</u>	3 ... 33 – апертура (окошко) медианного фильтра.
Имя сценария	<u>ScriptName</u>	Для установки имени сценария, по которому будет обрабатываться хроматограмма.
Число измерительных каналов	<u>NAcqChan</u>	Число (от 1 до 32) измерительных каналов, которые одновременно открываются для записи в соответствующие слои спектра (хроматограммы). Например, измерения ведутся одновременно по ПИД и ФИД с одного хроматографа.
Единицы концентрации	<u>ConcUnit</u>	Строка. Для задания имени применяемой единицы концентрации. Например: %, г/мл, промилле и т. д.
Мертвое время колонки	<u>HoldUp</u>	Мертвое время колонки (время удерживания несорбирующегося компонента) в установленных единицах времени.
Длина колонки	<u>ColumnLen</u>	Длина хроматографической колонки в метрах.
Количество точек в спектре	<u>NPoints</u>	Количество точек (отсчетов) в хроматограмме.
Инструмент	<u>IName</u>	Строка, наименование текущего хроматографического инструмента.
Инструмент	<u>LastIName</u>	Строка, наименование последнего успешно подключенного хроматографического инструмента.



Название свойства	Имя переменной	Описание свойства (назначение)
Имя сценария обработки	<u>ScriptName</u>	Строка, имя сценария обработки текущего слоя. Каждый слой может обрабатываться одним из сценариев, содержащихся в методе. Если сценарий не выбран, то используется первый.
Защита слоя от редактирования	<u>Protected</u>	0 – разрешено редактирование, 1 – установлена защита от внесения изменений слоя.
Название текущего слоя	<u>CurLayDesc</u>	Строка. Свойство, локальное для каждого слоя спектра - обычно название образца.

4.5.1. Паспорт хроматограммы

Свойства спектра также могут быть представлены как “Паспорт” хроматограммы. Выбор представления осуществляется в диалоге Параметры системы (меню Инструменты/Параметры).

Рис. 33. Свойства спектра в виде паспорта хроматограммы

Свойства

Название метода: Экспертиза №32

Название текущей хроматограммы: ПИД - АИ95 (АИ-92+S0A)

Файл: D:\temp\mixed - Экс32 \$\$\$

Последнее изменение: 15 мая 2002 @ 16:11:32

1. Длительность анализа: 130 мин

2. Число измерительного каналов: 8

3. Канал | Ков.ф. | Полярность

Канал	Ков.ф.	Полярность
1	91	+
2	99	+
5	170	+
6	170	+

* смотри документацию к измерительному устройству

Фильтрация данных во время измерения

Апертура фильтра: 3

4. Объем вводимой пробы: 0

Масса пробы: 0

Объем вводимого стандарта: 0

Объем растворителя пробы: 0

Параметры, вводимые на этой странице, дублируют параметры в таблице свойств спектра.

4.6. Страница пиков спектра

Рис. 34. Характерный вид страницы пиков спектра

1 – реперный пик; 2 – контекстное меню, вызываемое нажатием правой кнопки мыши (служит для установки атрибутов пика: репер – для идентификации, точка калибровки – для построения калибровочной кривой данного компонента); 3 – точка калибровки; 4 – репер и точка калибровки одновременно.

№	Имя пика	Положение	Площадь	Высота	Об. %	Масс. %	Мож.
2	н-бутан	4,850	0,56327	24,349	0,1014	0	0
3	изооктан	5,3933	15,009	367,42	1,57	0	0
4	н-пентан	5,6607	10,94	06,354	1,1444	0	0
5	5	6,104	2,4931	370,94	0,2607	0	0
6	6	6,7213	3,8255	290,59	0,40125	0	0
7	2 метилпентан	6,7913	17,268	370,94	1,8085	0	0
8	3 метилпентан	7,1067	13,998	290,59	1,4644	0	0
9	н-гексан	7,5147	14,876	302,47	1,5562	0	0
10	10	8,216	2,8139	64,638	0,29436	0	0
11	11	8,3193	3,1173	69,498	0,32611	0	0

На этой странице отображается таблица пиков текущего слоя (если они есть).

В этой таблице все графы доступны для редактирования за исключением:

- centre position, left and right peak border;
- площадь пика;
- высота пика.

Имя пика – название компонента. Калибровочные кривые для данного компонента строятся по пикам с одинаковыми именами.

Положение – положение центра пика на оси времени. Время удерживания в минутах.

Площадь – площадь пика в мВ-мин, рассчитанная системой UniChrom (см. расчёт площади). Если площадь пика <0, то она принимается равной 0.

Высота – расстояние от базовой линии до вершины пика в мВ (см. расшифровка спектра).

Концентрации – объемная, массовая, молярная концентрация, титр, молярность компонента рассчитывается с помощью окна обработки или вносятся вручную (например, для компонентов стандарта). Формулы расчёта концентрации приведены в разделе обработка спектра.

Коэффициент – коэффициент чувствительности детектора к данному компоненту рассчитывается с помощью окна обработки или вносятся вручную.

Групповой индекс – указывает принадлежность компонента к какой-либо группе веществ. Для пиков с одинаковыми групповыми индексами считаются суммарные концентрации.

Удерживания индекс – используется для указания индексов удерживания реперных пиков, для остальных пиков рассчитывается в окне обработки спектра.



Масса – молекулярная масса компонента в а. е. м. Используется при расчёте массовой концентрации.

T кипения – температура кипения вещества.

Левая граница и **Правая граница** – положения границ пика в минутах.

При открытой странице "Пики" с помощью меню {Правка/Копировать} всю информацию о пиках можно скопировать в буфер обмена в виде текстовых строк, разделенных табуляторами. Эта таблица может быть вставлена в Microsoft Word и с помощью следующей последовательности действий превращена вот в такую:

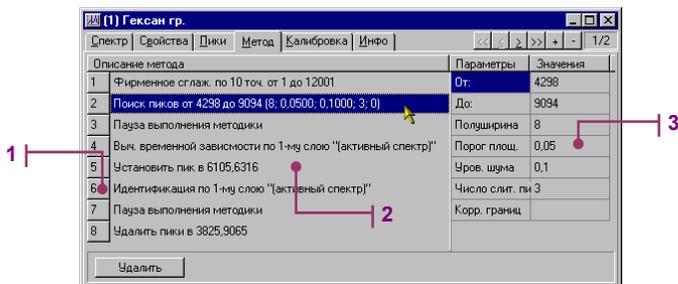
Бензол	6,0280	0,70870	11,07108	5,94667	6,18400
Толуол	7,2227	0,60577	7,04008	7,07467	7,36800
этилбензол	9,1853	0,58339	4,75078	9,01600	9,30000
п-ксилол	9,4107	0,52442	4,17112	9,30000	9,51867
м-ксилол	9,6133	0,55947	4,18807	9,51867	9,83600
о-ксилол	11,2400	0,51194	3,25803	11,06000	11,44267



4.7. Страница метода спектра

Рис. 35. Характерный вид страницы метода спектра

1 – порядок следования элементов (можно изменить, перетаскивая их мышью); 2 – список элементов методики; 3 – список свойств (параметров) выбранного элемента методики (большинство параметров доступно для редактирования).



Метод – это записанная последовательность команд обработки. Запись команд обработки происходит, если в окне обработки спектра установлен флажок **"Запись макро"**.

В действительности метод работает всегда, даже если запись команд выключена. Исполняет он только одну команду – ту, которая была введена последней. При наличии записанного метода (он отображается в виде списка действий в столбце "Описание метода") будет произведен его автоматический запуск после окончания регистрации хроматограммы. Если в методе будет находиться команда "Пауза выполнения методики" (см. рисунок), то его исполнение прекратится. Возобновить исполнение метода или запустить его заново можно с



помощью кнопки  в панели инструментов или кнопки **F9** на клавиатуре. Метод завершается автоматически по исполнению всех своих элементов.

На странице метода можно удалить лишние элементы последовательности обработки, изменить порядок выполнения их (просто перетягивая мышкой "ухватившись" за порядковый номер), а также исправить параметры. Чтобы изменения сохранились и далее, спектр надо сохранить на диске.

В качестве элементов метода могут использоваться **все функции обработки** и **отчёты**, в том числе и "быстрый отчёт", который вызывается по кнопке

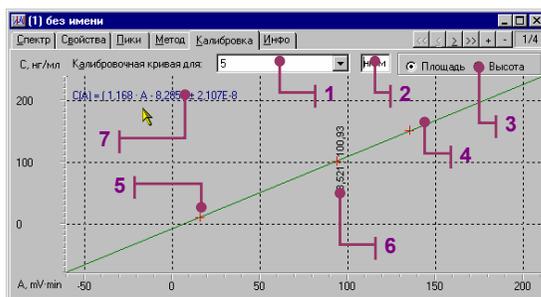


 в панели инструментов.

4.8. Калибровка в окне спектра

Рис. 36. Характерный вид страницы калибровки спектра

1 – название пика, для которого построена калибровочная последовательность; 2 – единицы измерения концентрации; 3 – переключатель способа построения калибровки; 4 – калибровочная кривая; 5 – одна из точек калибровки (пик имеет имя “5” и установленный атрибут “точка калибровки” $C=10$); 6 – неизвестная концентрация, найденная по кривой (в графе “концентрация” у пика “5” стоит 1); 7 – уравнение.



Последовательность создания и использования калибровочной таблицы.

Для расчёта по методу внешнего стандарта необходима калибровка, которая ставит в соответствие площади пиков и их концентрации. Сама калибровка происходит автоматически, если определить в хроматограмме стандартной смеси пики как внешние стандарты.

Вначале у известных компонентов стандартной смеси (см. расчёт концентрации методом внешнего стандарта) расставляются концентрации. Затем у выбранных пиков устанавливаются атрибуты точки. Для пиков с одинаковым именем и установленным атрибутом точки калибровки строится калибровочная кривая. Кривые для различных компонентов можно увидеть, переключая ниспадающий список вверху страницы. Если калибровочная кривая для данного компонента (указанного в ниспадающем списке) построена, то на графике видна формула калибровочной кривой вида $C(A)=F(A)$, где A – либо площадь либо высота, C – концентрация.

В настоящее время используются следующие типы калибровочных кривых:

- $C(A) = \alpha \cdot A \pm \Delta C$;
- $C(A) = \alpha \cdot A + \beta \pm \Delta C$;
- $C(A) = \alpha \cdot A^2 + \beta \cdot A + \gamma \pm \Delta C$;
- $C(A) = \alpha \cdot A^\beta \pm \Delta C$.

Выбор типа калибровочной кривой производится в меню, при нажатии правой кнопки мыши на область калибровочного графика.



Точки калибровочной кривой отмечаются красными крестами. Величина ΔC (среднеквадратичное отклонение), как следует из формулы, в единицах концентрации.

Указать, что пики являются внешними стандартами можно двумя способами:

- 1) При отображенном **"Спектре"** дважды нажать мышкой на выбранный пик. В появившемся окне свойств пика заполнить все известные параметры вещества и указать, что вещество является внешним стандартом (его количество вещества известно, следовательно, должно быть указано).
- 2) При отображенной таблице **"Пики"** в выбранной (подсвеченной строке) нажать правой клавишей мыши. В появившемся контекстном меню указать, что пик является "Точкой калибровки", а затем в графе концентрация указать известное значение.

Содержимое странички "Калибровка" можно скопировать в буфер обмена в виде картинки,¹⁶ которую можно вставить в отчёт.

Построенную калибровку можно сохранить вместе со спектром и пользоваться до тех пор, пока позволяет совесть или GLP¹⁷.

Использовать калибровочную таблицу для расчёта концентраций можно двумя способами.

- 1) В окне обработки спектра выбрать – Расчёт/Внешний стандарт и нажать кнопку **[Применить]**. В результате у пиков, имена которых совпадают с именами калибровочных последовательностей, и которые не являются "Точкой калибровки", будет вычислена концентрация по калибровочной кривой. Смотри пример **Расчёт токсинов**.
- 2) Если необходимо увидеть, как ложится площадь пика на калибровочную кривую, то установите у исследуемого пика концентрацию, меньшую **0**, и атрибут пика – "Точка калибровки". После этой операции на калибровочной кривой появляется крестик, возле которого вертикальная надпись вида AAAA:CCCC (см. рисунок), где AAAA – площадь пика компонента, а CCCC – рассчитанная по калибровочной кривой концентрация.

4.9. Инструмент окна спектра

Для управления хроматографическим прибором предназначена специальная страница окна спектра. В зависимости от типа метода: ГХ или ЖХ, эта страница имеет различный вид.

Система UniChrom обеспечивает управление всеми хроматографическими приборами, используя универсальный интерфейс пользователя. Таким образом, управление HP-6890 отличается от "Цвет-800" только тем, что у "Цвета" управляется то, что у него реально есть. Управление приборами сходными по характеристикам не различается ни внешне, ни, по сути.

¹⁶ Windows метафайл – векторный рисунок, хорошо масштабируется.

¹⁷ Good Laboratory Practice



Набор установок прибора для каждого типа анализа хранится в файле метода (*.\$\$\$), и загружается в прибор при подключении метода к прибору или при модификации установок.

4.9.1. Подключение прибора к окну спектра

Для того чтобы готовые установки были переданы в прибор, или ваши изменения метода автоматически передавались в прибор, прибор следует



подключить (Online). Для этого нажмите кнопку  в панели инструментов, и в появившемся окне выберите хроматографический инструмент нужного типа. Если прибор подключился к окну, то заголовок окна меняется с **"Мой метод"** на **"Название прибора"**. Где "Название прибора" – имя прибора указанное в редакторе конфигурации при установке системы. При подключении прибора, на странице управления инструментом начинает мигать зеленый индикатор "Активность".

Прибор подключится автоматически, если метод использовался ранее



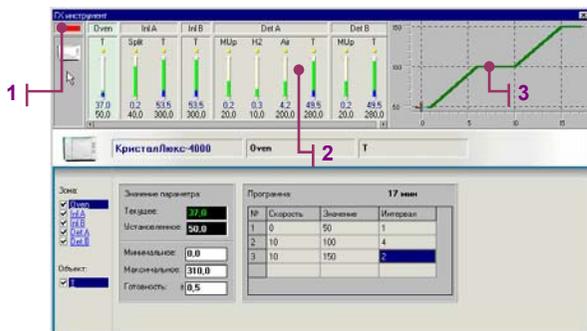
и был записан на диск, при нажатии на кнопку .

4.9.2. Установки ГХ прибора

В зависимости от конструктивных особенностей и аппаратной конфигурации ГХ прибора, количество зон управления может различаться. Поэтому, по мере возможности UniChrom пытается скрыть отсутствующие или неуправляемые зоны.

Рис. 37. Внешний вид окна управления ГХ прибором

1 – индикатор; 2 – регуляторы температур, расходов и давлений; 3 – профиль программы (температуры, расхода или давления газа).





4.9.2.1. Термостат

Ступенью температурной программы в системе UniChrom называется последовательность:

- линейный нагрев со скоростью dT/dt °С/мин до температуры T . При нулевой скорости нагрева этот участок исчезает;
- изотерма длительностью t мин. Длительность этого участка может устанавливаться равной 0 мин.

Установки, которые UniChrom обеспечивает для термостата колонок ГХ прибора:

Параметр	Описание
Температура изотермы	Как правило, устанавливается в диапазоне от $T_{\text{окр. среды}} + 2^{\circ}\text{C}$ до 400°C через $0,1^{\circ}\text{C}$ (определяется конструкцией прибора). Количество ступенек температурной программы определяется конструкцией прибора. При достижении максимального их количества, они перестают добавляться при редактировании температурной программы.
Скорость программирования температуры	Устанавливается от $0^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ до $100^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ через $0,1^{\circ}\text{C}$ (определяется конструкцией прибора). Количество ступенек температурной программы определяется конструкцией прибора.

4.9.2.2. Инжекторы

Установки, которые UniChrom обеспечивает для инжекторов ГХ прибора:

Параметр	Описание
Температура инжектора	Как правило, устанавливается в диапазоне от $T_{\text{термостата}} + 2^{\circ}\text{C}$ до 400°C через $0,1^{\circ}\text{C}$ (определяется конструкцией прибора). Некоторые приборы имеют общую температуру для обоих инжекторов.
Расход газа-носителя	Устанавливается от 0 мл/мин до максимального паспортного значения.

4.9.2.3. Детекторы

Установки, которые UniChrom обеспечивает для детекторов ГХ прибора:

Параметр	Описание
Температура детектора	Как правило, устанавливается в диапазоне от $T_{\text{термостата}} + 2^{\circ}\text{C}$ до 400°C через $0,1^{\circ}\text{C}$ (определяется конструкцией прибора). Некоторые приборы имеют общую температуру для обоих детекторов.





Параметр	Описание
Расход газа поддува	Устанавливается от 0 мл/мин до максимального паспортного значения.
Расход водорода для пламенных детекторов	– // – Выбирается с учетом конкретной задачи и устойчивости горения.
Расход воздуха для пламенных детекторов	– // –

4.9.3. Установки ЖХ прибора

Система UniChrom обеспечивает управление жидкостными хроматографами, имеющими до 4 насосов. Работу можно производить как в изократическом, так и в градиентном режиме.

Установки насосов ЖХ хроматографа:

Параметр	Описание
Расход элюента	Устанавливается от 0 мл/мин до максимального паспортного значения. В режиме градиента устанавливается в % от суммарного расхода. В режиме ручного управления устанавливается в мл/мин.
Давление на выходе смесителя (на входе в колонку)	Устанавливаются минимальный и максимальный предел давления в Бар. Превышение верхнего предела - аварийное состояние – выполнение программы потоков прекращается, и насосы выключаются. Падение давления ниже минимального предела по длительности больше 60 сек - аварийное состояние.





Рис. 38. Внешний вид окна управления ЖХ прибором

1 – индикаторы: времени, программы, потоков ABCD, давления на входе колонки; 2 – управление насосами и программой; 3 – установка пределов давления на входе колонки; 4 – профиль градиента; 5 – таблица редактирования программы потоков (при перемещении на пустую строку новый элемент добавиться автоматически); 6 – опция выключения насосов по окончании анализа; 7 – кнопки добавления и удаления элементов градиента; 8 – ручная установка потоков; 9 – таблица изменения потоков в ручном режиме (для установки потоков необходимо нажать кнопку).

Инструмент ЖХ - "Стайер-LNet"

0,09 0,98 0,02 0,00 0,00 7,30

Время Поток А Поток В Поток С Поток D Давление

0.0

Поток

1.0

0.0 0.2 0.6

Время

Пределы давления

Верхний 210

Нижний 0

Уст.

Новая

Включить

Старт

Активность

Стайер-LNet

Программа потоков Ручное управление

Шаг	Время, мин	Длит., мин	А, %	В, %	С, %	Д, %	Поток, мл/мин
1	0	0,2	98	2	0	0	1
2	0,2	0,3	70	30	0	0	1
3	0,5	0,02	98	2	0	0	1
4	0,52	0,2	98	2	0	0	1
	0,72						

Добавить Удалить

Выключить насосы в конце

Программа потоков (вкл.)

Программа потоков Ручное управление

	Поток А	Поток В	Поток С	Поток D	Поток, мл/мин
%	98	2	0	0	1
мл/мин	0,98	0,02	0	0	

Установить



4.9.4. Установки ЖХ “Милюхром-5” / “Милюхром А-02”

Рис. 39. Задание параметров конфигурации жидкостным хроматографом “Милюхром-5” / “Милюхром А-02” на странице ЖХ-инструмент. Автоматический режим.

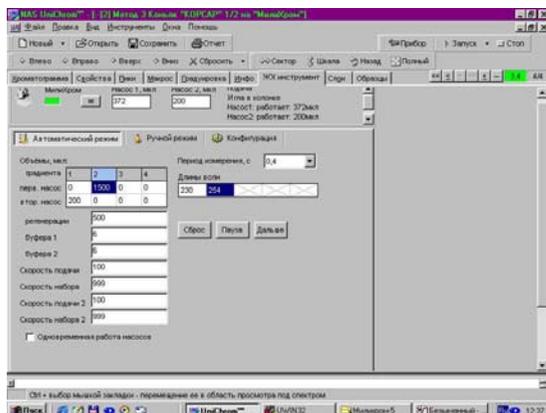


Рис. 40. Задание параметров конфигурации жидкостным хроматографом “Милюхром-5” / “Милюхром А-02” на странице ЖХ-инструмент. Ручной режим.

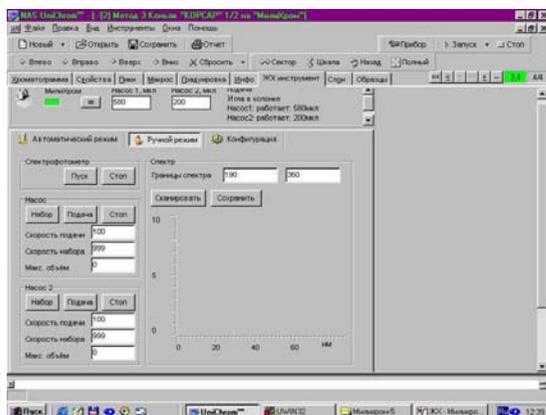
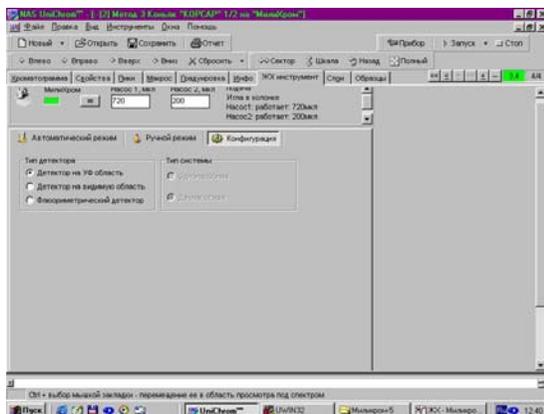




Рис. 41. Задание параметров конфигурации жидкостным хроматографом “Милихром-5” на странице **ЖХ-инструмент**.



4.9.5. Работа с ГХ или ЖХ прибором

4.9.5.1. Подготовка к измерению

Если все установки всех необходимых зон находятся в пределах в установленных пределах (нет красных указателей превышения значения), то метод можно перевести в состояние подготовки к измерению (PreRun).

4.9.5.2. Измерение

Переход к началу анализа отображается:

- В окне спектра индикатор номера измеряющего слоя становится зеленым, звучит сигнал начала измерения, и регистрация данных начинается с 0,0 мин.;
- ГХ прибор отображает состояние анализа своими индикаторами в соответствии с конструктивными особенностями.

Во время анализа изменение установок прибора запрещено.

При регистрации хроматограммы по графику температурной программы перемещается красный крестик **+**, указывающий текущее время от начала анализа – **t** и текущую температуру – **T**.

4.9.5.3. Завершение измерения

Выполнение метода завершается по истечении времени регистрации. Сразу по окончании звучит сигнал, и выполняется сценарий автоматической обработки. Также происходит автоматическое сохранение данных.



4.10. Таблица слоёв

Эта таблица является ещё одним представлением того пакета данных, который вы уже накопили. Каждая хроматограмма (массив данных) имеет ряд атрибутов, которые видны в этой сводной таблице одновременно для всех.

Наиболее значимые атрибуты:

- Канал регистрации – канал, по которому произведено или будет производиться измерение. Канал регистрации также показывает строковое наименование сигнала, который был или будет записываться;
- Дата модификации – время, когда была начата регистрация этих данных;
- Полярность сигнала детектора;
- Цвет графика для отображения сигнала;
- Защита слоя – признак того, что данные не могут быть модифицированы. Установка и отключение защиты производится через свойства спектра;
- Сценарий – наименование сценария обработки данного слоя. Можно выбрать из ниспадающего списка один из написанных ранее на странице “Макрос” сценариев;
- Видимость – виден или нет данный слой в режиме многослойного просмотра;
- Образец – ссылка на образец, результатом ввода которого является данная хроматограмма. Не редактируется;
- Режим – ссылка на режим прибора, использованный при записи хроматограммы. Не редактируется;
- Название – текстовое название данной хроматограммы. Создаётся автоматически при обработке таблицы образцов из имени текущего образца. Название может быть изменено в любой момент.

Таблица позволяет менять порядок следования слоёв перетаскиванием слоя в колонке, содержащей его номер. Таблица позволяет быстро удалять группы слоёв, идущие подряд, через контекстное меню на правой клавише мышки.

Таблица позволяет скрыть или показать скрытые ранее столбцы через контекстное меню на правой клавише мыши.

4.11. Таблица образцов

Данная таблица содержит описание и последовательность ввода образцов. Последовательность ввода обрабатывается и системой UniChrom, и драйвером прибора (если поддерживается), и, следовательно, может работать как при наличии дозирующего устройства, так и при его отсутствии. Переход к следующему образцу происходит при успешном завершении анализа предыдущего образца.

В таблице образцов задаются:

- Позиция – номер ячейки дозирующего устройства. Не используется при ручном вводе;



- Башня – номер машины для ввода пробы (если их несколько). Не используется при ручном вводе;
- Объём – ввод объёма пробы, для набора и ввода автодозатором (в мкл);
- Вводов – планируемое количество вводов данного образца;
- Введено – количество успешно выполненных вводов данного образца. При достижении количества **Вводов = Введено** система переходит к следующему образцу;
- Наименование – название образца. Автоматическое именование слов использует название образца для генерации имени хроматограммы в стиле: “Имя образца N/M”. Где N – порядковый номер текущего ввода данного образца, а M – общее количество вводов предназначенных образцу.

Последовательность образцов можно выполнять не только сначала, но и с любого места. Для этого в режиме “Подготовки” (PRERUN) в контекстном меню таблицы образцов выбирается пункт – “Начать с текущего образца”. После этого в ниспадающем списке кнопки “Запуск” главной панели инструментов выбирают – “Образцы с текущей позиции”. Загрузка последовательности образцов в прибор будет произведена с выбранной позиции. Удаление образцов производится через контекстное меню, или нажатием клавиши “Del”.

4.12. Параметры ввода

Перед началом анализа обязательно следует выбрать источник ввода образцов:

- Вручную;
- Жидкость;
- Газ.

Ручной ввод предполагает обработку последовательности оператором, и список образцов не загружается в прибор, даже если прибор поддерживает автодозатор.

Жидкость вводится автоматическим жидкостным дозатором. Если при переходе в режим подготовки измерения появляется сообщение о невозможности выбора данного источника ввода, то это означает, что данный тип ввода пробы не поддерживается прибором или произошла ошибка дозирующей системы.

Газ вводится с помощью системы кранов дозаторов или кранов переключателей. Система должна поддерживать такой режим ввода или появится сообщение об ошибке.

Параметры дозирующей системы зависят от конкретного прибора. Список этих параметров появляется при подключении к прибору. Диапазоны доступных значений и смысл параметров дозирующей системы описаны в руководстве к дозатору.



4.13. Дополнительные устройства

Во время анализа иногда требуется, чтобы некоторые исполнительные устройства прибора меняли своё состояние. В частности это относится к клапанам переключателям, клапанам криосистемы и т.п. Таблица изменения состояния периферийных устройств состоит из трёх столбцов:

- Время – время от начала анализа, когда будет произведено изменение состояния объекта;
- Кран – порядковый номер объекта (крана), который должен изменить состояние в заданный момент времени;
- Состояние – целое число, характеризующее состояние объекта. Если объект – обычный клапан, то его состояния: 0 – выключено, 1 – включено. Если объект – многопозиционный переключатель, то это значение определяет номер позиции в которую объект перейдёт.

Добавление и удаление событий производится через контекстное меню на правой клавише мыши.

4.14. Обработка хроматограммы

4.14.1. Окно свойств пика

При работе в окне спектра часто необходимо просмотреть или изменить некоторые свойства пиков. Чтобы не перелистывать постоянно закладки "Спектр" и "Пики" введено окно свойств пика.

Это окно появляется при двойном щелчке мышкой на пике между его границ, либо при нажатии **[Ctrl]+[J/Enter]** если маркер был установлен внутри границ пика. Окно свойств пика разделено на несколько страниц, каждая из которых позволяет редактировать свойства пика, объединенные по назначению. По каждому из элементов редактирования окна (строки ввода, переключатели, кнопки) можно получить контекстную подсказку, если при нажатой кнопке  выбрать мышкой интересующий элемент.

4.14.1.1. Общие свойства пика

В общих свойствах пика устанавливается имя компонента. Имя является тем атрибутом, по которому в системе UniChrom различаются калибровочные последовательности. При идентификации компонентов по библиотеке имена их изменяются в соответствии с данными библиотечного спектра.

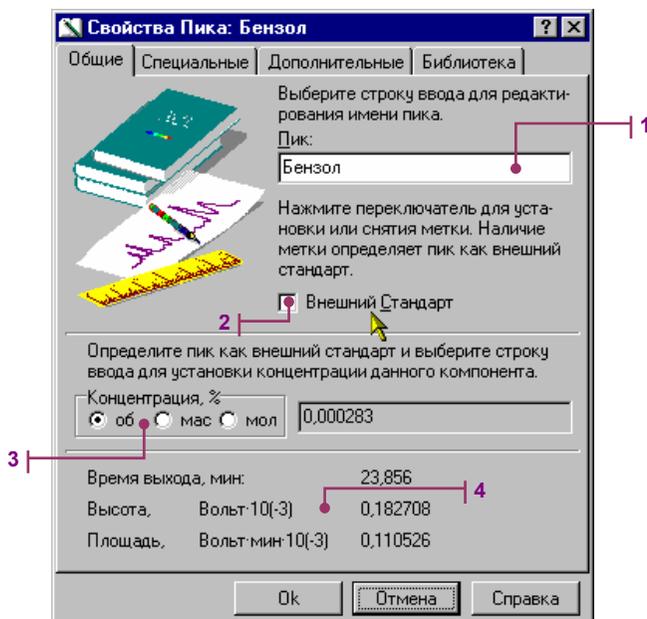
Если пик является внешним стандартом (служит для построения калибровочной кривой), то здесь следует указать его концентрацию, а так же отметить птичкой, что компонент добавляется в калибровочную последовательность.

Если пик не является внешним стандартом, то можно посмотреть его концентрации (объемную, массовую и мольную). В этой странице также указаны основные параметры пика – положение, площадь и высота.



Рис. 42. Характерный вид диалогового окна общих свойств пика

1 – имя пика; 2 – метка, указывающая, что пик – внешний стандарт;
3 – концентрация соединения (можно изменить, если пик является внешним стандартом); 4 – общие свойства пика.



4.14.1.2. Специальные свойства пика

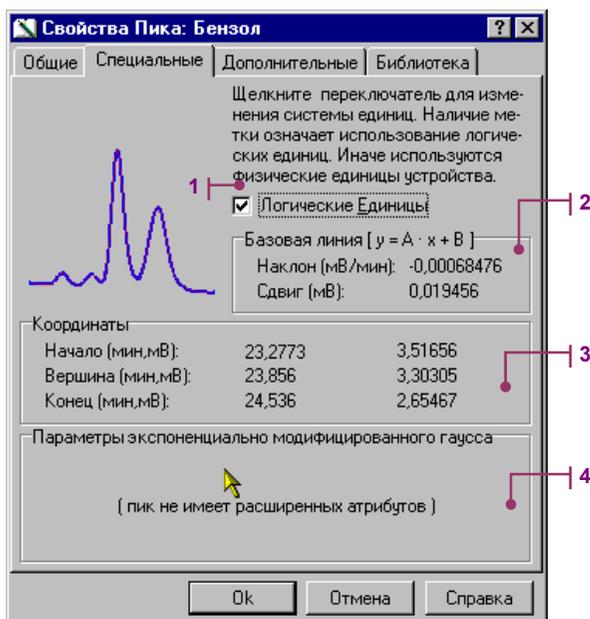
В специальных свойствах пика отображается уравнение базовой линии пика, координаты начала, центра и конца.

- логические единицы – минуты, мВ;
- физические единицы (внутренние единицы системы) – № точек спектра и отсчеты АЦП.

Если в пик вписана Гауссова или экспоненциально-модифицированная Гауссова кривая, то расширенные атрибуты отображают полуширину σ и τ параметров вписанного контура (см. обработка спектра – правка пиков).

Рис. 43. Характерный вид диалогового окна специальных свойств пика

1 – переключатель между физическими (устройства) и логическими (human) единицами измерения; 2 – параметры базовой линии; 3 – координаты пика; 4 – расширенные атрибуты пика.



4.14.1.3. Дополнительные свойства пика

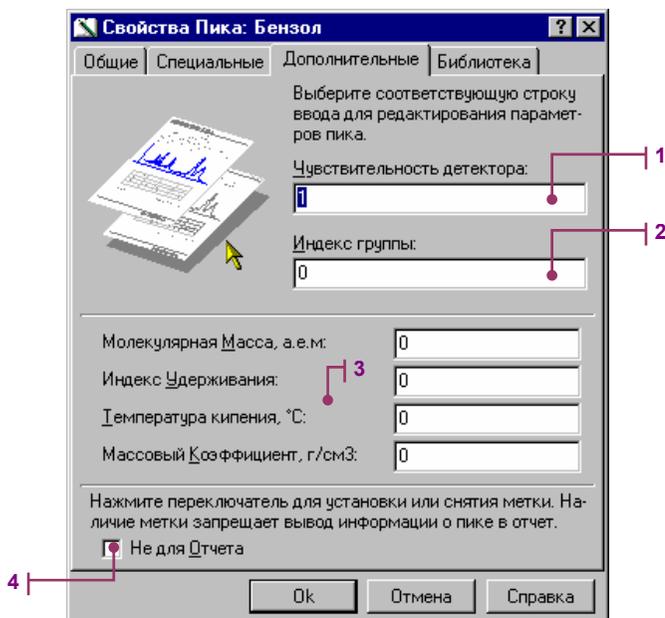
Чувствительность детектора или фактор отклика используется как весовой множитель при расчёте концентрации (см. обработка спектра – расчёт). Индекс группы определяет принадлежность пика к определенной группе веществ. Для пиков с одинаковым групповым индексом считается суммарная концентрация, которая добавляется в таблицу пиков как фиктивный пик.

Молекулярная масса используется при расчётах массовых концентраций. Индекс удерживания используется при идентификации компонентов по библиотеке. Массовый коэффициент (плотность) используется при расчёте концентраций.

Атрибут пика "не для отчёта" указывает, что информация об этом пике не передается в отчёты, но этот пик используется в расчётах.

Рис. 44. Характерный вид диалогового окна дополнительных свойств пика

1 – коэффициент чувствительности; 2 – групповой индекс пика для расчёта групповой концентрации; 3 – общие параметры соединения; 4 – метка, указывающая, что пик не включается в отчёт.



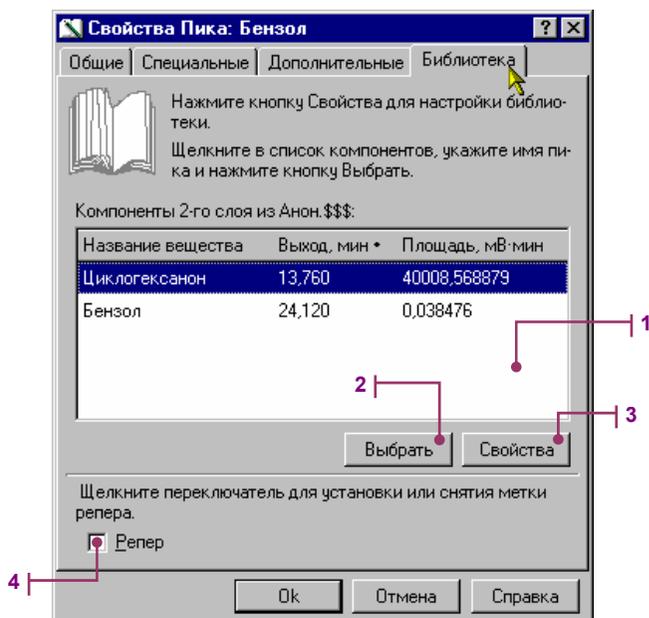
4.14.1.4. Библиотека спектра в окне свойств пика

На странице библиотеки можно произвести идентификацию компонента. Библиотекой является слой текущего либо другого спектра, выбранный в окне свойств библиотеки кнопкой **[Свойства]**. По умолчанию библиотечный слой выбирается автоматически в текущем спектре. Библиотечным считается слой, содержащий максимальное количество пиков, чьи имена не являются числами. Наиболее подходящие кандидаты идентификации отображаются в списке. Количество кандидатов также определяется в окне свойств библиотеки.

Компоненты в списке кандидатов могут быть отсортированы по названию, времени или площади. Сортировка производится после нажатия мышкой на соответствующий заголовок таблицы.

Рис. 45. Характерный вид диалогового окна библиотеки пика

1 – библиотечный список пиков, наиболее подходящих для идентификации; 2 – выбор пика из списка; 3 – выбор библиотеки и настройка её параметров; 4 – метка, указывающая, что пик является репером.





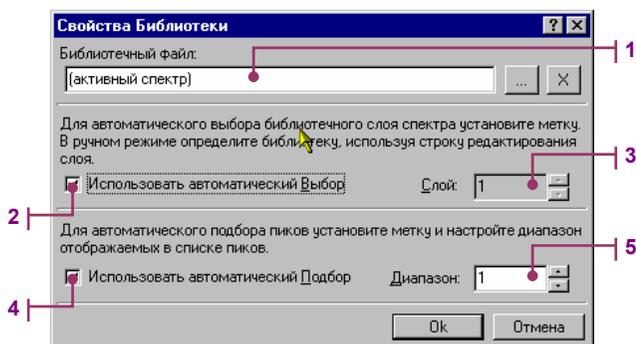
4.14.1.5. Свойства библиотеки

В окне свойств библиотеки можно выбрать в качестве библиотеки любой другой файл UniChrom, можно разрешить или запретить автоматический выбор библиотечного слоя. Подбор кандидатов на идентификацию также запрещается или разрешается здесь.

Важно, что библиотека у каждого окна спектра своя, а, следовательно, подобные настройки независимы для разных окон. При отключенном автоматическом подборе в странице библиотеки показывается полный список пиков библиотеки.

Рис. 46. Характерный вид диалогового окна свойств библиотеки пика

1 – имя файла, содержащего библиотеку, активный спектр означает, что библиотекой является текущий спектр; 2 – метка, позволяющая автоматически выбрать слой библиотеки; 3 – номер слоя, используемого как библиотека; 4 – метка автоматического подбора наиболее близких для идентификации пиков, иначе отображается весь список библиотеки; 5 – число наиболее подходящих пиков.

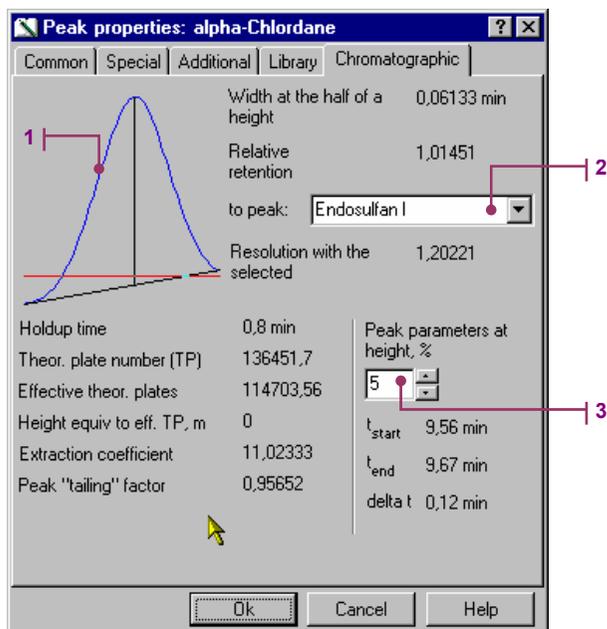


4.14.2. Хроматографические свойства пика

На этой странице отображаются расчётные параметры выбранного пика:

Рис. 47. Внешний вид окна свойств пика

1 – контур текущего пика (красная линия показывает текущую высоту, используемую при расчёте параметров); 2 – пик, относительно которого рассчитываются параметры (такие, как относительное время выхода); 3 – процент высоты пика, используемый при расчёте параметров.



В расчётах используется мертвое время колонки. По умолчанию в выбранном спектре мертвое время колонки равно 0 мин, чтобы его изменить, в свойствах спектра необходимо добавить вещественный параметр **HoldUp**. Изменение мертвого времени в свойствах спектра приводит к перерасчёту хроматографических параметров пика. Литература: Пецев Н., Коцев Н. Справочник по газовой хроматографии: Пер. с болг. – М.: Мир, 1987.

4.14.2.1. Полуширина

Полуширина – ширина пика на половине его высоты (от базовой линии).

**4.14.2.2. Относительное удерживание**

$$\alpha = \frac{t_2 - t_0}{t_1 - t_0}$$

t_2 , t_1 – соответственно времена удерживания двух пиков. t_0 – время удерживания несорбируемого компонента (мертвое время колонки).

4.14.2.3. Разрешение пиков

$$R_s = \frac{K}{0,8495} = \frac{\Delta l_R}{(a_{0,5(1)} + a_{0,5(2)}) \cdot 0,8495}$$

$R_s = K / 0.8495$, смотри ASTM 5134;

R_s – величина разрешения;

K – расчётная величина разрешения;

Δl_R – расстояние между максимумами двух пиков;

$a_{0,5(1)}$ и $a_{0,5(2)}$ – ширины первого и второго пиков на половине их высоты.

4.14.2.4. Число теоретических тарелок

$$N = 5,54 \cdot \left[\frac{l_R}{a_{0,5}} \right]^2$$

l_R – абсолютное время удерживания компонента;

$a_{0,5}$ – ширина пика на половине его высоты.

4.14.2.5. Число эффективных теоретических тарелок

$$N' = 5,54 \cdot \left[\frac{l'_R}{a_{0,5}} \right]^2$$

l'_R – исправленное время удерживания (абсолютное время удерживания вычсть мертвое время колонки);

$a_{0,5}$ – ширина пика на половине его высоты.

4.14.2.6. Высота, эквивалентная эффективной теоретической тарелке

$$BЭТТ = L/N'$$

L – длина колонки задается в свойствах спектра вещественным параметром **ColumnLen**.

N' – число эффективных теоретических тарелок.



4.14.2.7. Коэффициент извлечения (коэффициент ёмкости колонки)

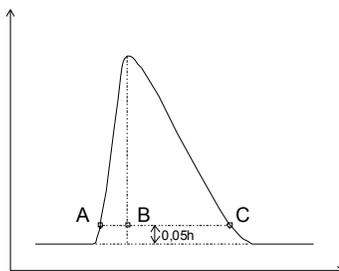
$$k' = t'_R / t_0$$

k' – отношение общего содержания соединения в неподвижной фазе к его содержанию в газовой фазе;

$t'_R = (t - t_0)$ – исправленное время удерживания;

t_0 – мертвое время колонки.

4.14.2.8. Фактор “хвостатости” пика



$$T = \frac{W_{0,05}}{2 \cdot f}$$

T – фактор “хвостатости”;

$W_{0,05}$ – ширина пика на высоте 0,05 от базовой линии (**AC**);

f – расстояние от фронта пика до центра (**AB**).

4.15. Окно обработки спектра

Это окно является “ящиком с инструментами” системы UniChrom. Здесь собраны все функции по обработке спектра в целом и конкретных пиков в частности. Окно обработки спектра появляется на рабочем столе программы при

выборе меню **{Инструменты/Обработка}** или нажатии кнопки  в панели инструментов. Это окно всегда находится над окнами спектров. С помощью закладок Вы выбираете, какой вид обработки будет производиться над спектром, и нажимаете кнопку **[Применить]**.

Окно обработки можно не убирать с рабочего стола программы, так как единственное, в чем оно может мешать – это загромождать окна спектров (да и то только если разрешение экрана меньше чем 1024x768 точек).

В заголовке окна указывается имя спектра, который будет “подвержен” обработке. Вы заметите, что при переходе от одного окна спектра к другому, и возврате после этого в окно обработки заголовков его покажет имя последнего активного окна спектра.



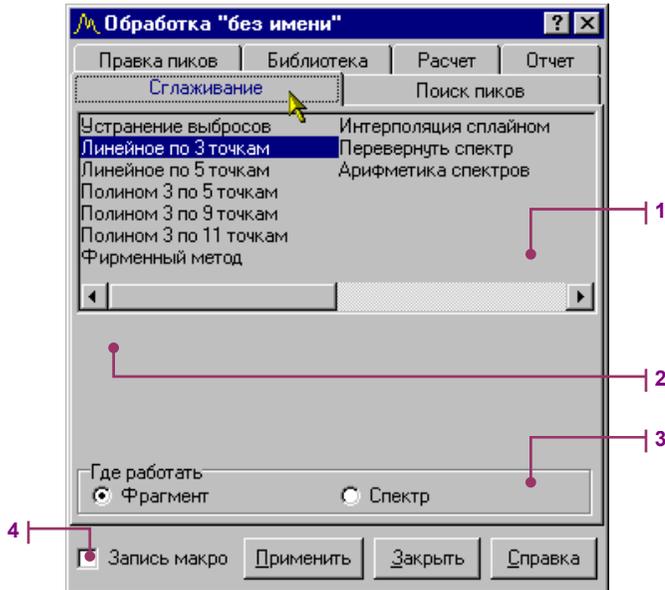
Любое количество команд обработки спектра, находящихся в этом окне можно запомнить и впоследствии выполнить сразу все нажатием одной кнопки. Последовательность команд, которые сохраняются вместе со спектром, называется методом или сценарием обработки. Для включения записи метода (сценария, макроса) обработки следует установить "птичку" напротив надписи **"Запись макро"**. Последовательность команд (сценарий), записанная в ходе обработки, может быть исправлена в окне спектра на странице "Метод". Выполнение команд макроса начинается сразу после окончания измерения, если разрешен автоматический запуск метода на исполнение (по умолчанию он разрешен). Разрешить или запретить автоматическое исполнение метода для выбранного окна спектра можно с помощью меню параметров отображения, которое появляется при нажатии правой кнопки мыши на любой из осей на графике спектра

4.15.1. Сглаживание спектра

На этой странице окна обработки выбираются методы сглаживания спектра.

Рис. 48. Характерный вид страницы сглаживания окна обработки спектра

1 – список доступных методов сглаживания и коррекции измеренных данных; 2 – область параметров выбранного метода; 3 – определение фрагмента, в котором выполняется операция; 4 – запись операции в макрокоманду.



Укажите мышкой тот метод сглаживания, который Вы будете использовать, затем укажите, где этот метод будет применяться (во фрагменте либо во всем спектре), а затем нажмите кнопку **[Применить]**. После нажатия кнопки сглаженный спектр будет перерисован. Если результаты сглаживания Вас не

удовлетворяют, то их можно отменить, используя кнопку  в панели инструментов.

Устранение выбросов – уничтожение однотоочечных выбросов в данных;

Линейное 3,5 точек – линейные методы сглаживания по соответствующему количеству точек спектра.

Полином 5,9,11 – сглаживание полиномом 3-й степени с весом.

Интерполяция – метод вписывания кубических сплайнов по указанному количеству узлов, пробегаая по фрагменту спектра с указанным шагом.

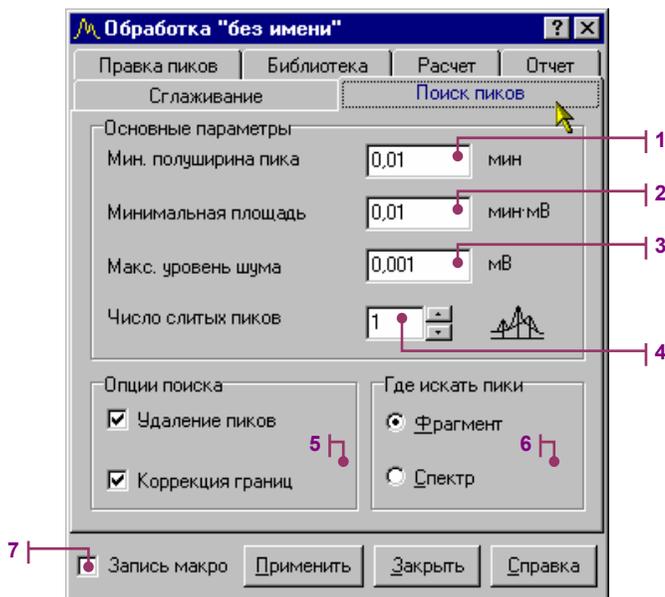
Фирменный – собственный метод линейного сглаживания, используется с постоянным, либо линейно растущим шагом.

Внимание! Правильно выбирайте, где должно производиться сглаживание: /Во фрагменте/ – между маркерами; /В спектре/ – по всему спектру.

4.15.2. Поиск пиков

Рис. 49. Характерный вид страницы поиска пиков окна обработки спектра

1 – установка полуширины пика; 2 – установка минимальной площади для отсеивания мелких пиков; 3 – установка уровня шума, для отсеивания шумовых пиков; 4 – определение типа базовой линии (долина – долина или опускание перпендикуляра); 5 – опции поиска; 6 – определение фрагмента для поиска пиков; 7 – запись макрокоманды.



Минимальная полуширина пика – ширина на половине высоты самого узкого пика на спектре. Параметр можно определить, установив два маркера на половине высоты этого пика и, подведя мышь к окошку **Фрагмент dX** на дисплее окна спектра, в строке статуса увидите значение полуширины пика в минутах.

Нижний порог площади – пики с площадью меньше данного значения игнорируются.

Максимальный уровень шума – характеризует, насколько зашумлен спектр, пики с амплитудой, близкой к уровню шума, игнорируются, а базовая линия пиков, не отброшенных после поиска, поднимается на эту величину.

Число слитых пиков – характеризует максимальное количество точек минимума в группе слитых пиков (см. раздел "расшифровка хроматограммы").

Фрагмент или **спектр** – поиск пиков в выделенном фрагменте или во всем спектре.

Корректировать границы – использование специального метода уточнения границ пика, который описан в разделе "расшифровка хроматограммы".

Удаление пиков – сначала все пики удаляются в выбранном фрагменте, а затем производится поиск и расстановка пиков их заново (иначе эта операция добавит пики к уже существующим в выбранном фрагменте).

4.15.2.1. Выбор параметров поиска пиков

В случае, когда параметр **Число слитых пиков** (максимальное число неразрешенных пиков на участке спектра) равен 1, то базовая линия будет проведена от минимума к минимуму (“Долина – Долина” см. расшифровку спектра). Если число слитых пиков будет равно 2 и более, базовая линия проведена от начала группы пиков до её окончания.

Минимальную полуширину пика можно вычислить так: выберите самый узкий пик в спектре / во фрагменте и установите маркеры на границах этого пика. В верхней строчке окна указаны левая и правая границы пика в минутах, разность которых, деленная на 2, соответствует полуширине пика. Параметр “Минимальная полуширина пика” не должен превышать рассчитанное значение, но часто оказывается необходимым уменьшать этот параметр для более качественного поиска. В случае если ширины пиков сильно изменяются в пределах рассматриваемого фрагмента, то необходимо проводить автопоиск в нескольких фрагментах, в которых ширины пиков близки по величине.

Минимальная площадь под пиком (предел площади) указывается в милливольтсах на минуту (мВ·мин) или в наноамперах на минуту (нА·мин). Естественно, площадь может быть указана, также, в мВ·сек и нА·сек. Пики, площадь которых меньше указанного значения, не рассматриваются. Параметр “Предел площади” подбирается оператором опытным путем.

Максимальный уровень шума (мВ или нА) находим так: выберите самый зашумленный участок спектра. С помощью маркеров и дисплея окна спектра находится максимальный разброс данных, соответствующий максимальному уровню шума в вольтах.

Коррекция границ. Этот параметр необходимо устанавливать в случае, когда базовая линия имеет резкий подъем или резкий спад. В остальных случаях границы пиков отыскиваются корректно.

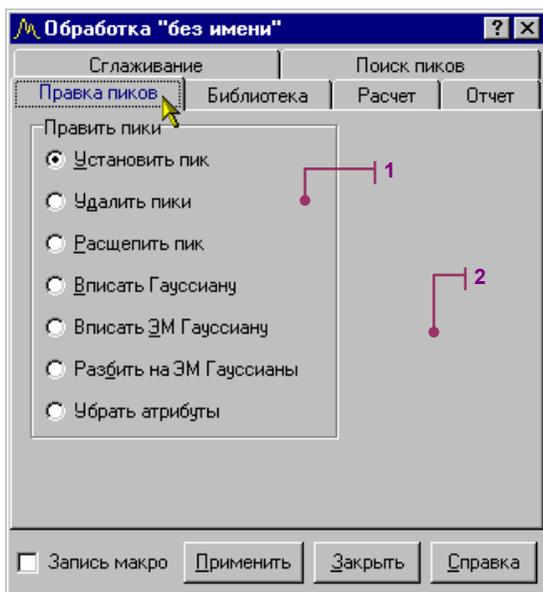
Внимание! Правильно выбирайте, где должен производиться автопоиск: /Во фрагменте/ – между маркерами; /В спектре/ – по всему спектру.

4.15.3. Правка пиков

Ручная расстановка пиков позволяет оператору обрабатывать только интересные его пики либо корректировать пики, расставленные в автоматическом режиме.

Рис. 50. Характерный вид страницы правки пиков окна обработки спектра

1 – список доступных методов правки пика; 2 – область для параметров выбранного метода.



Установить пик – интерпретировать участок спектра между маркерами как пик. Эту операцию также можно выполнить в окне спектра нажатием [Ctrl] + [+].

Удалить пики – уничтожение информации о пиках между маркерами. Эту операцию также можно выполнить в окне спектра нажатием [Ctrl] + [-].

Расщепить пик – расщепляет существующий пик на два в точке, где находится активный маркер. Эту операцию также можно выполнить в окне спектра нажатием [Ctrl] + [/].

Ручная расстановка пиков позволяет оператору обрабатывать только интересные его пики либо откорректировать пики, расставленные в автоматическом режиме. При нажатии на кнопку **[Применить]** будет нарисована базовая линия под пиком и зафиксировано положение максимума (время выхода) пика в виде вертикального отрезка.

Вписать Гауссиану – подобрать параметры Гауссовой кривой (A , σ) так, чтобы наилучшим образом описать пик:

$$I(x) = A \cdot e^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}}$$

Вписать ЭМ Гауссиану – подобрать параметры экспоненциально модифицированной Гауссовой кривой (A , σ , τ) так, чтобы наилучшим образом описать пик:

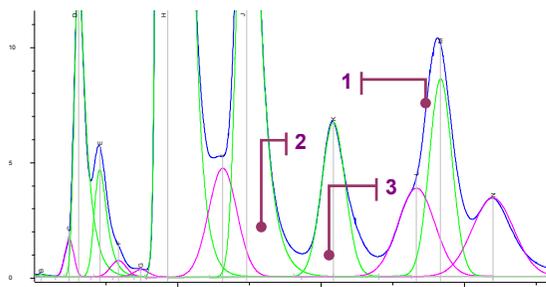
$$I(x) = \int_0^{+\infty} A \cdot e^{-\frac{(x-x_0-t)^2}{2\sigma^2}} \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \cdot dt$$

Разбить на ЭМ Гауссианы – разбить группу слитых пиков на ЭМГ с учетом перекрытия базовых линий для уточнения координат центра и площади.

На рисунке изображена группа пиков, разбитая на ЭМГ. Для каждого пика известны (A , σ , τ), их значения можно получить в окне свойств пика на страничке "**Специальные**".

Рис. 51. Группа пиков, разбитая на ЭМГ

1 – измеренные данные; 2 – чистый Гаусс; 3 – ЭМГ.



Убрать атрибуты – превратить пик, в который был вписан Гауссов контур в обычный пик (убрать атрибут "Гауссовости").

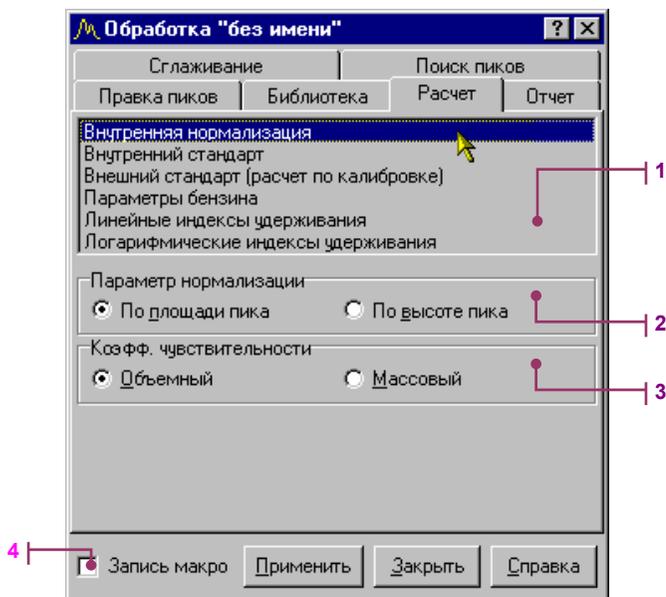
Внимание! Операции установки пика и удаления одного или группы пиков выполняются только во фрагменте между маркерами, а расщепление пиков - в позиции только одного активного маркера.

4.15.4. Расчёт параметров пиков

Результаты всех расчётов изменяют свойства пиков, и немедленно отражаются в таблице пиков окна спектра. Расчёты производятся только после нажатия кнопки **[Применить]**.

Рис. 52. Характерный вид страницы расчёта параметров пиков окна обработки спектра

1 – список доступных методов расчёта; 2 – выбор площади или амплитуды для расчёта концентрации; 3 – определение типа используемого коэффициента чувствительности; 4 – запись макрокоманды.



4.15.4.1. Расчёт концентрации методом внутренней нормализации

Концентрация i -го компонента методом внутренней нормализации рассчитывается по формуле:

$$C_i = \frac{S_i \cdot F_i}{\sum_{j=1}^N S_j \cdot F_j} \cdot 100\%,$$

где $i, j = 1..N$;

S_i – высота или площадь в зависимости от режима;

F_i – фактор отклика детектора, задаётся в окне свойств пика или в таблице пиков окна спектра.

4.15.4.2. Относительные коэффициенты чувствительности

Перед расчётом концентрации методами внутренней нормализации или внутреннего стандарта часто бывает необходимо определить отклик детектора (коэффициент чувствительности) для всех или для выбранных компонентов. Как видно из выражений для концентраций – коэффициент может иметь любую размерность.

Безразмерные факторы отклика (относительные коэффициенты чувствительности) можно определить, используя внутренний стандарт.

Введем понятие – исправленный отклик (высота или площадь пика):

$$S'_i = F_i \cdot S_i, \text{ где } F_i = \frac{C_i(S_i)}{S_i} \cdot \frac{S_s}{C_s(S_s)}.$$

$C_i(S_i)$ – калибровочная кривая для i -го компонента, в том числе и стандартного.

Если калибровочная кривая для данного компонента существует, то перед расчётом концентраций можно определить относительные факторы отклика – выбрать в списке компонент, относительно которого определяются факторы отклика и нажать кнопку применить.

Концентрации, рассчитываемые системой UniChrom в зависимости от опций метода внутренней нормализации:

Доля	Объёмный коэффициент чувствительности F_i	Массовый коэффициент чувствительности F_i
V	$\frac{S_i \cdot F_i}{\sum S_j \cdot F_j}$	$\frac{S_i \cdot F_i}{\rho_i \sum \frac{S_j \cdot F_j}{\rho_j}}$
M	$\frac{S_i \cdot F_i \cdot \rho_i}{\sum S_j \cdot F_j \cdot \rho_j}$	$\frac{S_i \cdot F_i}{\sum S_j \cdot F_j}$
Mol	$\frac{S_i \cdot F_i \cdot \rho_i}{M_i \sum \frac{S_j \cdot F_j \cdot \rho_j}{M_j}}$	$\frac{S_i \cdot F_i}{M_i \sum \frac{S_j \cdot F_j}{M_j}}$



Доля	Объёмный коэффициент чувствительности F_i	Массовый коэффициент чувствительности F_i
T	$\frac{S_i \cdot F_i \cdot \rho_i}{\sum S_j \cdot F_j} \cdot 10^3$	$\frac{S_i \cdot F_i}{\sum \frac{S_j \cdot F_j}{\rho_j}} \cdot 10^3$
Mty	$\frac{S_i \cdot F_i \cdot \rho_i}{M_i \sum S_j \cdot F_j} \cdot 10^3$	$\frac{S_i \cdot F_i}{M_i \sum \frac{S_j \cdot F_j}{\rho_j}} \cdot 10^3$

4.15.4.3. Расчёт концентрации методом внутреннего стандарта

Концентрация i -го компонента методом внутреннего стандарта рассчитывается по формуле:

$$C_i = \frac{C_S}{A_S \cdot F_S} A_i \cdot F_i,$$

где $i = 1 \dots N$;

C_S – концентрация стандарта;

A_S – площадь стандарта.

Результаты заносятся в графу “Концентрация” таблицы пиков (см. пики окна спектра).

4.15.4.4. Расчёт групповых концентраций

Для пиков с одинаковым групповым индексом считается суммарная концентрация, которая добавляется в таблицу пиков как фиктивный пик с именем, которое определяется наличием в свойствах спектра строковой переменной **grpnX**, где X – число – индекс группы.

Например, если в свойствах спектра присутствуют строковые переменные в соответствии с нижеуказанной таблицей, то будут рассчитаны суммарные концентрации для пиков, принадлежащих этим группам по индексу.

Название свойства спектра	Значение	Имя переменной
Любое	парафины C6	grpn6
Любое	парафины C7	grpn7
Любое	олефины	grpn16



После расчёта концентраций любым методом концентрации для пиков с одинаковыми групповыми индексами будут суммированы и добавлены в таблицу пиков окна спектра как фиктивные пики. Результат будет выглядеть примерно так:

Имя пика	Время выхода	Концентрация	Индекс группы
парафины C6		0,675465	6
парафины C7		1,934930	7
олефины		3,943890	16

4.15.4.5. Расчёт концентрации методом внешнего стандарта

Концентрация i -го компонента рассчитывается с использованием калибровочной таблицы для компонента с таким же именем (см. калибровка в окне спектра):

$$C_i = \text{CalibFunction}(A_i, \text{Name}_i)$$

где $i = 1 \dots N$, A_i – площадь пика i -го компонента;

Name_i – имя i -го пика (должна быть калибровочная таблица для компонентов с данным именем).

При расчёте этим методом может использоваться опция "расчёт токсинов". Эта опция позволяет получать концентрацию в единицах, используемых в методике выполнения измерения и пробоподготовки (например, в мг токсина на кг продукта). Подробно использование этой опции описано в разделе "Расчёт концентрации токсинов".

4.15.4.6. Расчёт концентрации токсинов

При расчёте концентрации токсинов иногда удобно вводить дополнительную информацию о построении градуировочной зависимости и о параметрах испытуемой пробы. Для этого в закладке «Свойства» добавьте следующие пункты

Название переменной	Значение переменной	Имя переменной
Объём вводимого стандарта, мкл	1	Vinstd
Объём растворителя пробы, мл	1	Vsolprobe
Объём вводимой пробы, мкл	1	Vinprobe
Навеска сухой пробы, г	1	Mprobe

Эти свойства необходимы для вычисления коэффициента K :

$$K = \frac{1}{M_{\text{probe}}} \cdot \frac{V_{\text{instd}} \cdot V_{\text{solprobe}}}{V_{\text{inprobe}}}$$



Конечный результат содержания токсинов, выраженный в миллиграммах на килограмм (литр), рассчитывается по следующей формуле:

$$C_i = K \cdot \frac{S_i}{S_{i,std}} \cdot C_{i,std}$$

где C_i - концентрация i -го токсина; K - коэффициент рассчитанный выше; S_i - площадь под пиком i -го токсина; $S_{i,std}$ - площадь под пиком i -го стандарта; $C_{i,std}$ - концентрация i -го стандарта.

Пропишите стандартную смесь.

Обозначьте пики стандартов и введите их концентрации.

Концентрация стандарта, выраженная в миллиграммах на миллилитр, определяется по формуле

$$C_{std} = \frac{M}{V}$$

где C_{std} - концентрация стандарта; M - навеска сухого стандарта в миллиграммах; V - объем растворителя сухого стандарта в миллилитрах.

Перейдите в новый слой и пропишите пробу.

Имя пика i -го токсина должна совпадать с именем i -го стандарта.

Рассчитайте пробу методом внешнего стандарта, установив флажок расчета токсинов.

Искомые концентрации токсинов приводятся в таблице пиков в графе объемных процентов (об. %)

4.15.4.7. Расчёт линейных и логарифмических индексов удерживания в группе пиков

Расчёт линейных индексов удерживания выполняется по формуле:

$$I = 100 \cdot \left[n \cdot \frac{R_x - R_z}{R_{z+n} - R_z} + Z \right];$$

Расчёт логарифмических индексов удерживания выполняется по формуле:

$$I = 100 \cdot \left[n \cdot \frac{\lg(R_x - R_m) - \lg(R_z - R_m)}{\lg(R_{z+n} - R_m) - \lg(R_z - R_m)} + Z \right],$$

где R_x – время удерживания неизвестного компонента;

R_z – время удерживания нормального алкана, имеющего Z атомов углерода;

R_{z+n} – время удерживания нормального алкана, имеющего $Z+n$ атомов углерода;

R_m – время удерживания несорбирующегося компонента;

n – разность в количестве атомов углерода нормальных алканов.



Для того чтобы рассчитать индексы удерживания в интересующей Вас группе пиков предварительно необходимо выполнить следующие действия:

- 1) Установить у известных пиков их индексы удержания, вызывая диалог с информацией о пиках (см. п. "Просмотр и редактирование параметров пика");
- 2) установить в графе "Индекс" соответствующее число, и указать, что пик является репером.
- 3) Нажать кнопку **[Применить]**.

4.15.4.8. Расчёт параметров бензинов

Октановое число рассчитывается по моторному методу (см. например, Черепица С. В., Бычков С. М., Гациха С. М., Коваленко А. Н., Мазаник А. Л. и др., "Методика газохроматографического анализа качества автомобильных бензинов", Химия и технология топлив и масел, № 4, 2001, С. 44 -48.) с использованием следующей стандартной формулы:

$$O = \sum_{i=1}^{31} a'_i \cdot C_i,$$

где a'_i – эффективное октановое число i -й группы;

C_i – содержание i -й группы в бензине.

В этом методе рассматривается 31 группа. Расчёт содержания каждой группы происходит автоматически по формуле:

$$C_i = \frac{A_i \cdot F_i}{\sum_j A_j \cdot F_j} \cdot 100\%$$

где C_i – массовая концентрация i -го компонента;

A_i – площадь под пиком i -го компонента;

F_i – коэффициент чувствительности детектора к i -му компоненту;

j – индекс суммирования, пробегающий по всем пикам на хроматограмме.

От оператора требуется указать границы этих групп до того, как будет создаваться отчёт. Для этого необходимо установить названия у соответствующих пиков: н-бутан; изопентан; н-пентан; 2-метилпентан; 3-метилпентан; н-гексан; бензол; 2-метилгексан; 3-метилгексан; н-гептан; толуол; 2-метилгептан; 3-метилгептан; н-октан; этилбензол; п-ксиллол; м-ксиллол; о-ксиллол; н-нонан; н-декан.

4.15.4.9. Настройка групп углеводородов для расчёта октанового числа

Настройка групп для расчёта параметров бензина осуществляется через окно обработки спектра.

Рис. 53. Окно настройки групп углеводородов для расчёта параметров бензинов



1 – первый компонент группы; 2 – последний компонент группы; 3 – флаг, определяющий границы группы; 4 – молекулярная масса; 5 – давление насыщенных паров; 6 – эффективное октановое число.

№	Начало группы	Конец группы	Флаг	а.е.м.	кПа	Эф.ОЧ
1			0	47	496,1	103,9
2	н-бутан	н-бутан	3	48	348,5	88,1
3	н-бутан	2-метилбутан	0	47	286,9	144,3
4	2-метилбутан	2-метилбутан	3	72	141,5	84
5	2-метилбутан	н-пентан	0	70	123,3	138,2
6	н-пентан	н-пентан	3	72	107,8	67,9
7	н-пентан	2-метилпентан	0	76	67,8	95,2
8	2-метилпентан	3-метилпентан	3	86	44,6	86,6
9	3-метилпентан	н-гексан	0	82	36,3	95,9
10	н-гексан	н-гексан	3	86	34,3	20,9
11	н-гексан	бензол	0	92	30,6	94,9

Флаг: 0 - граничные пики не включаются в группу; 1 - начальный пик входит в группу; 2 - конечный пик входит в группу; 3 - начальный и конечный пики входят в группу
 А.е.м., кПа, Эф.ОЧ - средняя молекулярная масса, среднее парциальное давление и эффективное октановое число компонент группы

Эти настройки являются глобальными и при изменениях сохраняются на диске в папке, где установлен UniChrom, в виде файла **petrol.dat**.

4.15.4.10. Давление насыщенных паров

Давление насыщенных паров рассчитывается по формуле:

$$P = \sum_{i=1}^{31} \frac{C_{gi} / M_i}{\sum_j C_{gj} / M_j} \cdot p_i^0$$

где P – давление насыщенных паров;

C_{gi} – содержание i-ой хроматографической группы в бензине, рассчитанной по методу внутренней нормализации;

M_i – эффективная молекулярная масса компонентов в группе в соответствии с п.8.4.;

p_i^0 – эффективное парциальное давление компонентов в группе;

j, i – индексы суммирования, пробегающие от 1 до 31 (номера хроматографических групп).

4.15.5. Работа с библиотекой

Параметры библиотеки позволяют выполнить ряд операций для идентификации компонентов смеси, а также для коррекции временных границ пунктов методики, которые следуют за этим.

Рассчитать зависимость шкал времени - устанавливается закон преобразования временной шкалы при переходе от библиотечного спектра к обрабатываемому.



$$t_1 \rightarrow t'_1 \quad t_2 \rightarrow t'_2 \quad \dots \quad t_n \rightarrow t'_n$$

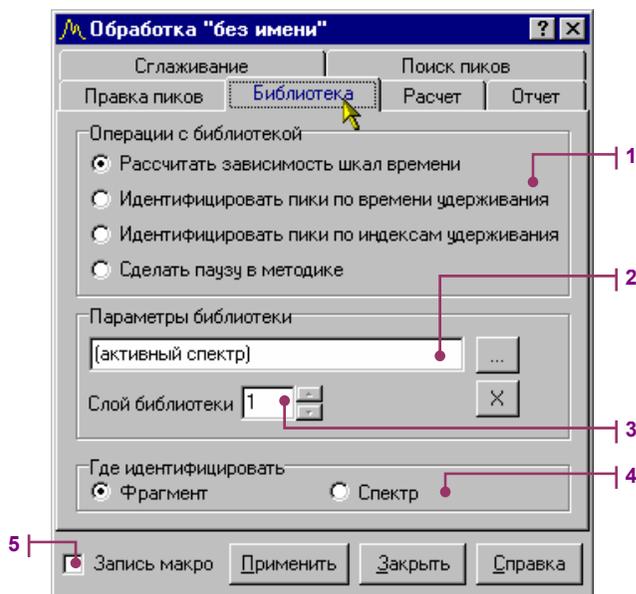
1,2...N – реперные пики. То есть устанавливается зависимость:

$$t' = \alpha \cdot t + \beta$$

Для того, чтобы выполнялся этот расчёт оператор должен установить реперы вручную.

Рис. 54. Характерный вид страницы библиотеки в окне обработки спектра

1 – опции идентификации; 2 – файл библиотеки; 3 – слой библиотеки; 4 – фрагмент, в котором выполняется операция; 5 – запись макрокоманды.



Для того, чтобы во время работы сценария оператор мог это сделать предусмотрен пункт **Сделать паузу в методике**. Во время паузы оператор установит реперы, подправит пики, выпьет кофе и т.п.

Для продолжения метода нужно нажать кнопку  в панели инструментов или клавишу **F9** на клавиатуре. В качестве библиотеки можно выбрать любой слой любого спектра. Кнопка **[X]** сбрасывает выбранную библиотеку и устанавливает ее на активный спектр (текущий). Идентифицировать пики можно либо во фрагменте, либо в спектре по нажатию кнопки **[Применить]**.

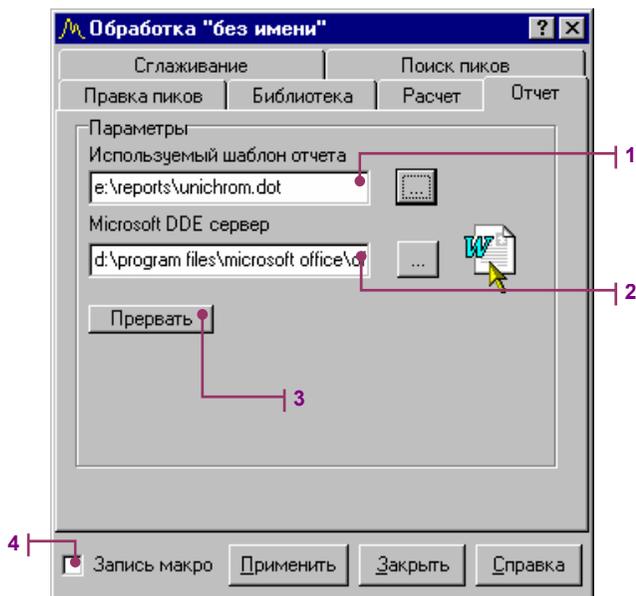


4.15.6. Создание отчёта

При создании отчёта используются шаблоны документов Microsoft Word и Microsoft Excel. По типу выбранного шаблона UniChrom определяет, какой из компонентов Microsoft Office будет создавать отчёт. Если Microsoft Office установлен правильно, то справа от строки с именем файла (winword.exe или excel.exe) появится значок соответствующей программы. При наличии этого значка при нажатии кнопки **[Применить]** отчёт будет создан в виде соответствующего документа. Внешний вид отчёта определяется используемым шаблоном.

Рис. 55. Характерный вид страницы создания отчёта в окне обработки спектра

1 – имя шаблона документа или исполняемого модуля, в котором будет выполнен отчёт (VB, Java, PERL script или URL); 2 – приложение, которое выполняет шаблон (устанавливается автоматически); 3 – если предыдущий отчёт не закончился, прервите его этой кнопкой; 4 – запись макроманды.



Если во время выполнения отчёта произошла ошибка в шаблоне отчёта, в результате которой отчёт не может быть выполнен корректно, то прервать ожидание программой UniChrom конца выполнения можно с помощью кнопки **[Прервать]**.



4.16. Принципы автоматической обработки хроматограмм

Система UniChrom с самого начала своего существования предлагала так называемые "макросы" обработки хроматограмм. Макрос представляет собой последовательность записанных команд обработки. Практически все виды обработки могут быть записаны в виде макроса, а затем "проиграны" на тех хроматограммах, которые нужны.

Начиная с версии 4.3, появилась возможность не только одновременно получать хроматограммы с разных детекторов в одном окне, синхронно, но и обрабатывать сразу несколько хроматограмм сразу. Предположим, измерение состоит из регистрации сигналов с двух детекторов, например ДТП и ПИД, последующей обработки этих данных и выдачи результирующего отчета.

Как эту последовательность реализовать в Вашем новом UniChrom?

4.16.1. Основные определения

Назовем сценарием обработки ту последовательность команд, которая применяется к конкретной хроматограмме (слою). Назовем макросом группу сценариев (см. рис.), выполняющихся одновременно, каждый по своей хроматограмме. Естественно, что друг на друга выполняющиеся одновременно сценарии влиять не должны.

В UniChrom каждая хроматограмма может помнить, какой сценарий её должен обрабатывать. Сценарии различаются по именам. На странице "Макрос" каждый сценарий представлен в виде дерева, "листочками" которого являются операции обработки. Сценарии создаются и удаляются в этом окне. При нажатии правой кнопки мыши появляется контекстное меню, где можно выбрать операцию над сценариями. Один из сценариев всегда активен (выбран). Если включен переключатель "Запись макро" в окне обработки, то добавление новых элементов происходит в этот активный сценарий. Чтобы перейти к правке другого сценария, достаточно выбрать его мышкой.

- **элемент обработки** – например операция сглаживания или поиска пиков;
- **сценарий** – последовательность элементов обработки, выполняющаяся в том порядке, как она была создана;
- **макрос** – группа сценариев, выполняющихся каждый на своей хроматограмме.

4.16.2. Окно макроса

Окно макроса обычно находится на странице "Макрос" окна хроматограммы. Здесь можно производить ряд операций по редактированию макроса. Здесь также видно состояние выполняющихся сценариев.

Одним из важных сведений является то, на каком элементе остановился данный сценарий. Итак, если текущий слой обрабатывается, например, сценарием "Main", который остановился на третьем пункте (смотри рисунок), то продолжить исполнение можно с любого элемента данного сценария. Для этого следует дважды щелкнуть мышкой элемент, которому следует работать

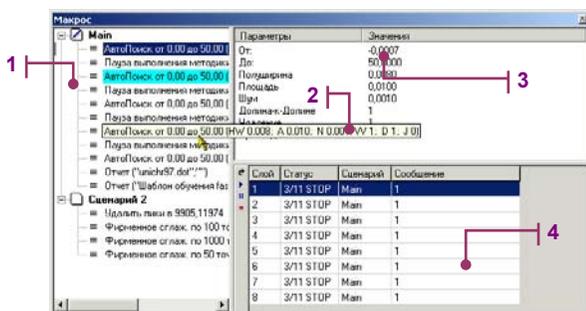


по продолжению. На рисунке элемент сценария, на котором произошла остановка, выделен голубым цветом. Следует также помнить, что элемент остановленного сценария подсвечивается только тогда, когда этот сценарий работает по текущему слою. То есть, если вы находитесь в другом слое, то элемент подсвечен не будет. Это связано с тем, что разные хроматограммы, в общем, могут обрабатываться разными сценариями, которые могут находиться в разных состояниях. Следовательно, голубая подсветка отображает состояние сценария только для текущей (просматриваемой) хроматограммы.

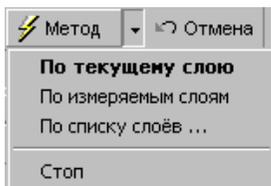
Сценарии, выполняющиеся по отдельным хроматограммам, можно запускать по отдельности или вместе. Для продолжения обработки отдельно выбранной хроматограммы выберите хроматограмму (или их группу) в панели статуса и нажмите кнопку . Кнопка остановки  служит для окончания исполнения одного или группы сценариев.

Рис. 56. Общий вид страницы "Макрос" и её разделов

1 – все сценарии обработки данного метода; 2 – выделенный элемент сценария (на нём сценарий остановился); 3 – параметры выбранного элемента обработки; 4 – состояние слоёв, которые обрабатываются в настоящий момент.



4.16.3. Кнопка запуска макроса на исполнение



Теперь макрос можно исполнить в следующих режимах:

- по текущему слою (который вы видите);
- по тем слоям, по которым идет измерение (это операция выполняется автоматически, если разрешено автоматическое исполнение макроса по окончанию измерения);



- по списку слоёв – просто выбрать хроматограммы, которые надо обработать;
- стоп выполнения – прекращает выполнение всех сценариев без условий. Просто стоп.

4.17. Общие сведения по работе с окнами в Windows

Управление окнами системы UniChrom в Windows обеспечивается стандартными элементами, которые позволяют выполнять следующие операции:

4.17.1. Активизация окна

Текущая активность окна отображается на экране цветом заголовка окна.

Для активизации окна щёлкните левой кнопкой мыши в любую видимую область данного окна.

Для активизации окна программы UniChrom нажмите кнопку программы  на панели задач Windows.

Для активизации окна спектра щёлкните меню программы **Окна** и выберите имя спектра, который нужно активизировать.

4.17.2. Свёртывание окна

Для свёртывания окна нажмите системную кнопку **Свернуть** в области заголовка данного окна.

Окно программы в свёрнутом состоянии отображается в виде кнопки  на панели задач Windows.

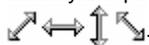
Окно спектра в свёрнутом состоянии отображается укороченным заголовком на рабочем столе программы.

4.17.3. Развёртывание окна и восстановление его исходных размеров

Для развёртывания / восстановления окна нажмите системную кнопку **Развернуть / Восстановить** в области заголовка окна или дважды щёлкните заголовки данного окна.

4.17.4. Изменение размеров окна

- 1) Установите указатель на рамку или угол захвата окна так, чтобы курсор манипулятора модифицировался в двунаправленную стрелочку



- 2) Переместите мышь в указанном направлении с нажатой левой кнопкой.



- 3) При достижении необходимого размера окна отпустите кнопку манипулятора.

4.17.5. Перемещение окна по экрану

- 1) Установите указатель на заголовок окна.
- 2) Переместите мышь с нажатой левой кнопкой так, чтобы указатель с перемещаемым объектом попал в необходимую область экрана.
- 3) Отпустите кнопку манипулятора.

4.17.6. Заккрытие окна

Для закрытия окна нажмите системную кнопку **Закреть** в области заголовка окна.

Примечание. Программа UniChrom автоматически отслеживает все изменения в спектрах. При попытке закрыть окно модифицированного спектра UniChrom предложит сохранить данные.

4.17.7. Системное меню окна

Системное меню окна дублирует функции перемещения, изменения размеров, свёртывания и развёртывания окна, а также функцию закрытия окна.

Щёлкните в область системного меню и выберите соответствующую команду.

4.17.8. Дополнительные сведения

Если окно спектра находится в развёрнутом состоянии, то системное меню данного окна и системные кнопки **Свернуть**, **Развернуть**, **Восстановить** и **Закреть** находятся в области меню программы UniChrom.

Для получения дополнительных сведений об окнах выполните следующее:

- 1) Нажмите  **Пуск** и выберите команду **Справка**.
- 2) На вкладке **Указатель** в поле строки поиска введите ключевое слово **Окна**.
- 3) Для получения справки по диалоговым окнам, введите ключевые слова **Диалоговые окна**.
- 4) Для получения справки по окнам MS-DOS, введите ключевые слова **Окна MS-DOS**.
- 5) Выберите тему справки из списка и нажмите кнопку **Вывести**.

4.18. Контекстная помощь

В программе UniChrom краткую помощь по работе с системой можно получить, не прибегая к данному описанию.

Для этого есть несколько способов:

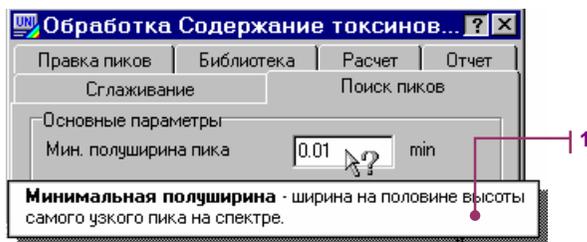


4.18.1. Кнопка помощи Help

Кнопка помощи **Help**, при наличии её в окне, позволит Вам получить краткую справку о видимых элементах данного окна. При нажатии мышкой на кнопку помощи курсор мыши приобретет вид стрелочки с вопросом,  и Вы теперь можете щелкнуть мышкой на любой видимый элемент окна для получения справки об этом элементе, если таковая имеется.

Рис. 57. Характерный вид окна контекстной помощи

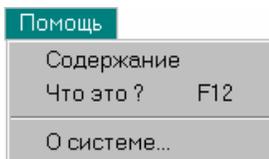
1 – краткая информация о выбранном элементе.



Для удаления справки с экрана достаточно щелкнуть мышкой в любое место рабочего стола либо нажать клавишу **Esc** на клавиатуре.

4.18.2. Меню "Помощь"

Программа UWin32 поддерживает стандартную для Windows – приложений работу с файлом Справки. По этой причине в программное обеспечение системы UniChrom введен файл  **UniChrom.hlp**, в котором, в виде гипертекста, собрана некоторая информация по системе UniChrom. При отсутствии данного файла в основном¹⁸ каталоге системы UniChrom программа сообщит Вам об этом. В случае правильной установки программного обеспечения системы UniChrom Вы можете воспользоваться меню **"Помощь"**.



¹⁸  **UniChrom** – основной каталог для ПО UniChrom, в котором находится исполняемый модуль UWin32.exe.

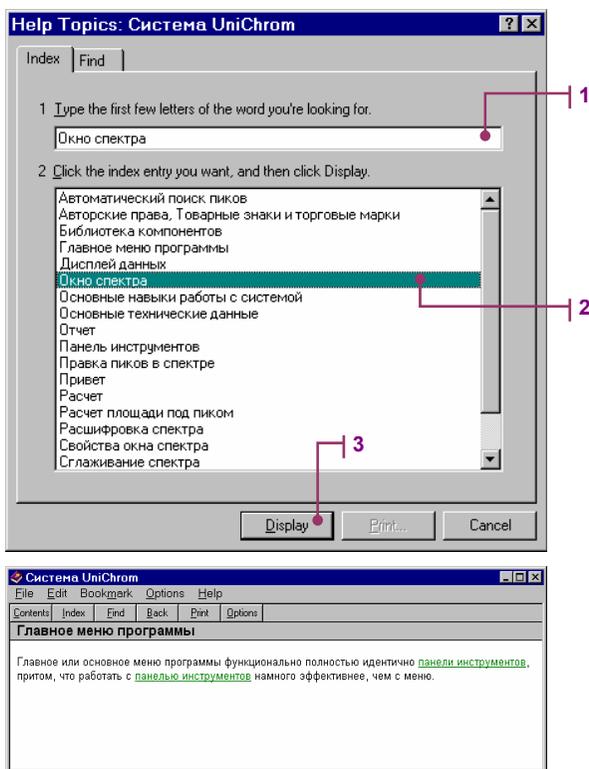


4.18.2.1. Меню “Содержание”

Щелчок мышкой на пункт **“Содержание”** приведет к появлению на рабочем столе Windows 95 стандартного диалога [Help Topics](#)¹⁹, в котором приводится содержание файла Справки о системе UniChrom. Выбирая мышкой разделы Справки, Вы получите соответствующую информацию в окне [Система UniChrom](#).

Рис. 58. Характерный вид окна содержания справки

1 – введите первые несколько букв слова, информацию о котором вы хотите получить; 2 – выберите интересующий вас пункт и нажмите кнопку Display; 3 – кнопка Display.



¹⁹ Подробную информацию по работе со стандартными окнами помощи [Help Topics](#) и другими читайте в документации по Windows 95.



4.18.2.2. Меню “Что это?”

Пункт меню “Что это” является аналогом кнопки помощи “Help” для окон, не имеющих такой кнопки в своем заголовке. Выполняется эта команда следующим образом. Установите курсор мыши  на видимый объект окна и нажмите клавишу **F12**. Простой выбор мышью данного пункта меню ни к чему не приведет.

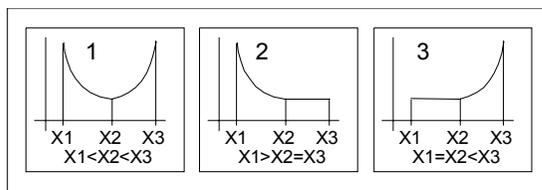
4.18.2.3. Меню “О системе...”

Выбор пункта меню “О системе...” покажет Вам торговый знак ООО “Новые аналитические системы” и координаты разработчиков данного продукта в окне [О создателях](#).

4.19. Расшифровка хроматограммы

Алгоритм автоматического детектирования пиков заключается в следующем: Измеренный спектр анализируется с целью выявления локальных минимумов (см. рисунок), которые принимаются за начало следующего и конец предыдущего пиков (левая и правая границы пиков соответственно). В найденных границах ищется точка, соответствующая максимальной интенсивности измеренных данных, которая принимается за центр анализируемого пика (в случае хроматографических исследований эта точка соответствует времени выхода вещества из колонки).

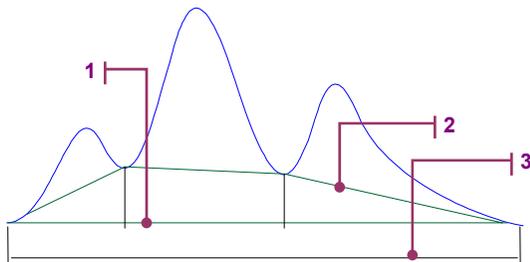
Рис. 59. Типичные локальные минимумы (точки x_2) определяемые системой UniChrom по измеренным данным



Одновременно с поиском границ пиков осуществляется расчёт базовой линии, который зависит от, установленного оператором, параметра “Число слитых пиков”. Значение этого параметра должно соответствовать числу плохо разрешенных пиков, объединенных в группу (см. рисунок).

Рис. 60. Определение группы слитых пиков и базовой линии в системе UniChrom

1 – базовая линия I; 2 – базовая линия II; 3 – группа слитых пиков.



В случае, если установленное число слитых пиков соответствует числу плохо разрешенных пиков в группе, система UniChrom рассчитает базовую линию I, начало и конец которой совпадут с началом первого и концом последнего пиков группы. В случае, если число слитых пиков равно 1 (один), Система рассчитает базовую линию II в виде ломаной кривой, у которой начало и конец каждого фрагмента совпадут с началом и концом каждого пика группы. Таким образом, изменяя параметр "Число слитых пиков", оператор может установить требуемую базовую линию. Необходимо также отметить, что при установке пиков вручную система UniChrom рассчитывает базовую линию I.

Параметр "Минимальная полуширина" (минимальная ширина пика на половине его высоты) в системе UniChrom задается в единицах оси X и не должен превышать полуширину самого узкого пика на анализируемом участке спектра. Установка оператором данного параметра позволяет исключить из рассмотрения "пики", образованные дрейфом нулевой линии, полуширина которых меньше указанного значения.

По ходу расшифровки спектров происходит расчёт площади и определение интенсивности пиков, обнаруженных и прошедших через фильтр "Минимальная полуширина".

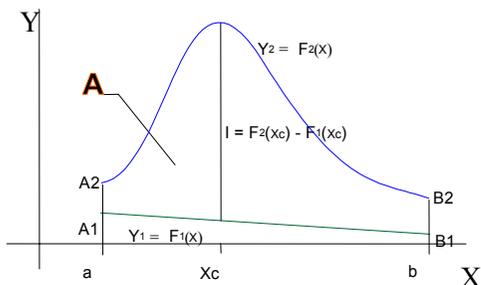
Площадь (A) под пиком в системе UniChrom определяется как площадь криволинейной трапеции $A_1A_2B_2B_1$ (см. рисунок), ограниченной сверху измеренными данными $Y_2=F_2(x)$, снизу – базовой линией $Y_1=F_1(x)$, слева и справа – прямыми $x=a$ и $x=b$:

$$A = \int_a^b [F_2(x) - F_1(x)] \cdot dx \quad (1)$$

Интенсивность (I) пика в системе UniChrom определяется как расстояние между вершиной пика и базовой линией (см. рисунок) в единицах оси Y и, если x_c - координата центра пика, то

$$I = F_2(x_c) - F_1(x_c) \quad (2)$$

Рис. 61. Определение площади под пиком (A) и интенсивности пика (I) в системе UniChrom

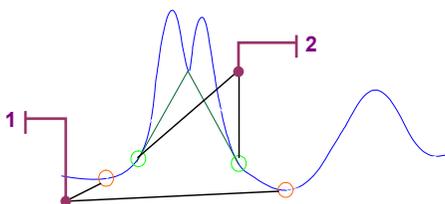


Если рассчитанная площадь пика оказывается меньше предела (порога) площади или определенная интенсивность пика оказывается меньше уровня шумов, установленных оператором, то такой пик исключается из рассмотрения. Таким образом, изменяя параметры "Предел площади" и "Уровень шума", оператор может воздействовать на чувствительность данного метода поиска пиков.

Последним параметром, который необходимо установить оператору, является параметр "Коррекция границ". Коррекцию желательно включать при обработке спектров, базовая линия у которых имеет резкий подъем или резкий спад (см. рисунок).

Рис. 62. Применяемый в системе UniChrom способ коррекции границ пиков

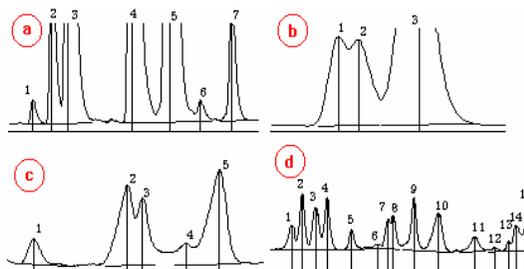
1 – локальные минимумы; 2 – откорректированные границы пиков.



Заложенный в UniChrom алгоритм автоматического поиска пиков, приведенный выше, является стандартным (см. Э. А. Кюллик, М. П. Кальюранд, М. Н. Козль, "Применение ЭВМ в газовой хроматографии", Москва, изд. "Наука", 1978; McCloskey D. H., Hawkes S. J., "J. Chromatogr. Sci.", 13, 1, 1975), адаптированным к обработке сильно зашумленных сигналов, поступающих от устаревших источников сигнала отечественного производства (например, хроматограф типа ЛХМ-8).

Расшифрованные фрагменты реальных спектров, полученных в процессе измерений сигналов от различных хроматографов, приведены на рисунках:

Рис. 63. Обработанные при помощи алгоритма автоматического поиска пиков, используемого в UniChrom реальные спектры (хроматограммы)



4.20. Расчёт площади под пиком

Площадь под пиком A представляет собой площадь криволинейной фигуры, ограниченной сверху измеренными данными $U(t)$, а снизу – прямой $U=0$, которая не является базовой линией измеренного сигнала. В соответствии с определением площади под пиком в системе UniChrom, которая используется при расчётах концентраций соответствующих компонент, последняя требует дополнительной коррекции:

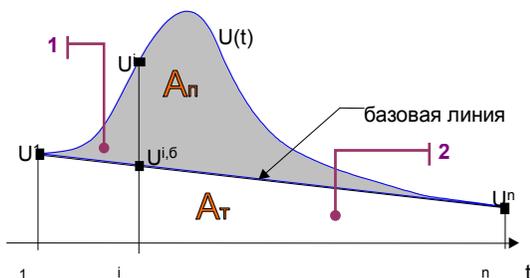
$$A_{\Pi} = A - A_T \quad (3)$$

где A_{Π} – откорректированная (истинная) площадь под пиком (см. рисунок);

A_T – площадь трапеции, ограниченной сверху базовой линией $U_0(t)$.

Рис. 64. Коррекция площади под пиком в системе UniChrom

1 – откорректированная площадь под пиком (A_{Π}); 2 – площадь под базовой линией (A_T).



Откорректированную площадь под пиком запишем в следующем виде:

$$A \cdot = \frac{1}{f} \sum_{i=1}^m \{U^i - U_b^i\} \quad (4)$$

где n – число точек, приходящихся на пик;

\bar{U}_b^i – точки базовой линии, рассчитанные по формуле:

$$U_b^i = \alpha \cdot i + \beta \quad (5)$$

где $i=1,2,\dots,n$.

С учетом формул (4) и (5) площадь под пиком запишется в виде:

$$A \cdot = \Delta t \cdot \sum_{i=1}^n \{ \bar{U}^i - \bar{U}^1 + (i-1) \cdot (\bar{U}^n - \bar{U}^1) / n \} \quad (6)$$

Формула (6) используется в системе UniChrom для расчёта площади под пиком. Из неё следует, что погрешность вычисления площади в UniChrom зависит от погрешности задания частоты измерений и от погрешности измерения самого сигнала.





5. Автоматическая обработка хроматограмм





5.1. Обработка хроматограммы

Обработка хроматограммы включает в себя пять основных этапов:

- 1) Коррекция измеренных данных.
- 2) Разметка и интегрирование хроматограммы.
- 3) Идентификация пиков.
- 4) Расчёт концентраций компонентов анализируемой смеси.
- 5) Вывод результатов измерений на печать.

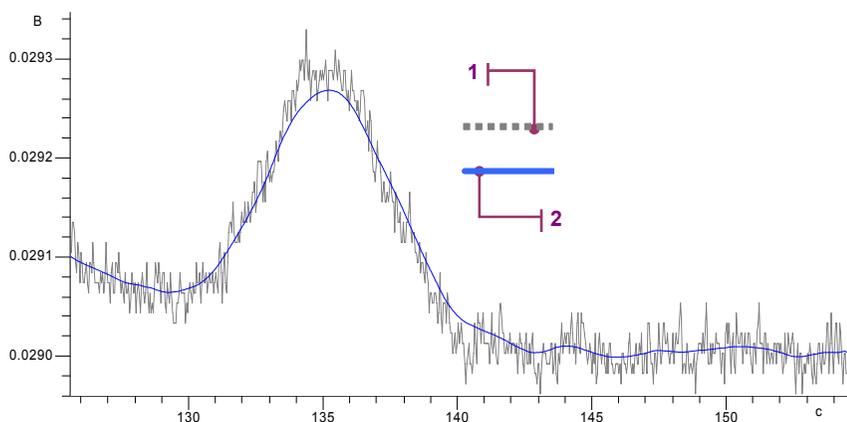
5.1.1. Коррекция измеренных данных

Под коррекцией измеренных данных надо понимать сглаживание хроматограммы и устранение одиночных высокочастотных выбросов.

Сглаживание хроматограммы приводит к модификации измеренных данных. Степень модификации зависит от применяемых методов и параметров сглаживания. Любая коррекция измеренных данных приводит к изменению высот и площадей под пиками, что в итоге влияет на расчётные концентрации компонентов анализируемой смеси. По этой причине применение сглаживания в общем случае является некорректным с точки зрения норм GLP (The Good Laboratory Practice). Однако в частных случаях умелое и правильное использование алгоритмов сглаживания может существенно улучшить сходимость и воспроизводимость измерений, уменьшить предел детектирования (или уменьшить минимальную видимую концентрацию индивидуального компонента) за счёт увеличения отношения «Сигнал / Шум», упростить настройку алгоритма «поиска пиков» и повысить качество интегрирования хроматограммы. Если использовать один и тот же метод сглаживания для хроматограмм градуировочных растворов и хроматограмм пробы, то такое программное сглаживание можно рассматривать как дополнительную аппаратную фильтрацию сигнала.

Рис. 65. Пример фильтрации измеренных данных.

1 – измеренные данные; 2 – сглаженные данные.

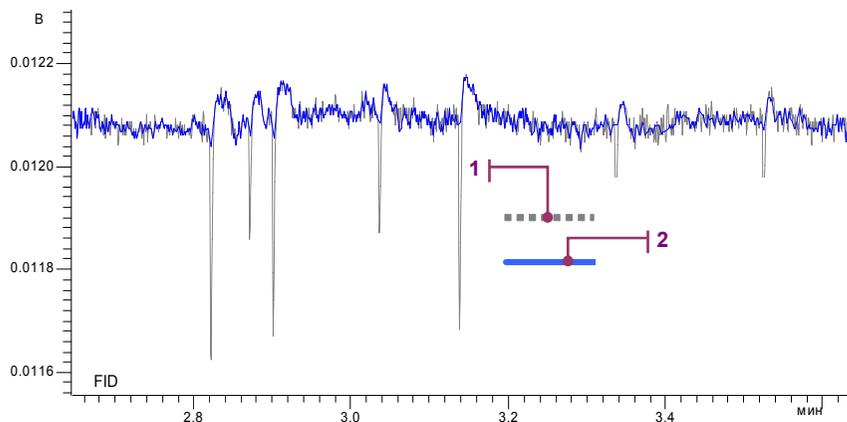




Устранение выбросов является одним из элементов сглаживания данных. Данный элемент сглаживания устраняет только высокочастотные промахи, вызванные нестабильностью сети питания, нестабильностью горения пламени для пламенно-ионизационных детекторов и т.д. Если ширина пиков много меньше ширины высокочастотного выброса, то искажения высот и площадей под пиками не будет. Устранение выбросов необходимо применять для упрощения настройки алгоритма “поиска пиков” и повышения качества интегрирования хроматограммы.

Рис. 66. Пример устранения “выбросов” в системе UniChrom.

1 – измеренные данные; 2 – сглаженные данные.

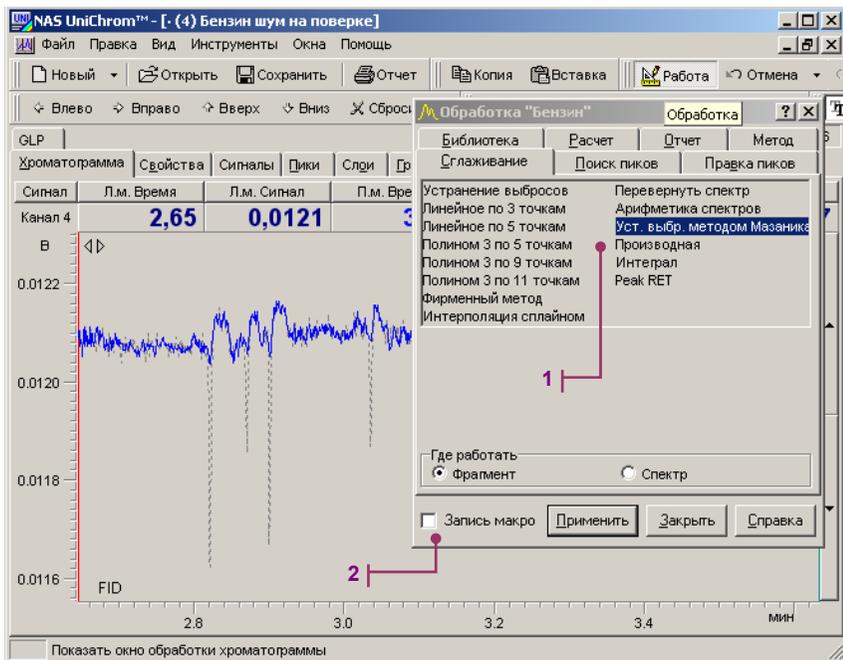


В UniChrom интегрировано пять стандартных методов сглаживания (линейное по 3 и 5 точкам, полиномиальное с использованием полинома 3-й степени по 5, 9 и 11 точкам), интерполяция сплайном, один фирменный метод, два алгоритма устранения выбросов и другие специальные алгоритмы. Все эти алгоритмы могут работать как по всей хроматограмме, так и на отдельных её фрагментах (между маркерами).



Рис. 67. Окно закладки "Сглаживание".

1 – элементы управления; 2 – установка флага записи команды макроса.



Применяя в определённом порядке указанные методы сглаживания к разным фрагментам хроматограммы, можно добиться желаемого результата сглаживания данных. Чтобы повторить такую «удачную» последовательность действий в будущем при обработке других однотипных хроматограмм, данную последовательность можно сохранить. Для этого требуется до применения процедур сглаживания установить флаг «Запись макро» (см. рис. выше).

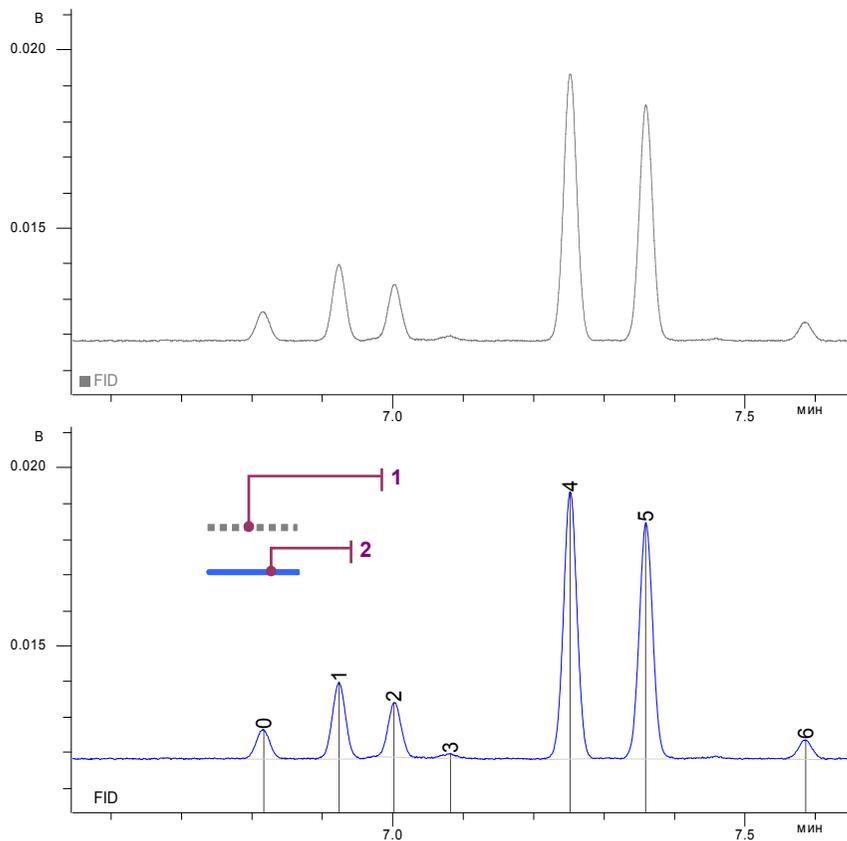
Элементы сглаживания рекомендуется применять в самых крайних случаях. В первую очередь необходимо заставить прибор работать в соответствии с паспортными данными.

5.1.2. Разметка и интегрирование хроматограммы

Под разметкой хроматограммы надо понимать установку позиций начала, вершины и конца для каждого анализируемого пика на хроматограмме. Это осуществляется путём выполнения процедуры установки пиков.

Рис. 68. Иллюстрация разметки измеренной хроматограммы.

1 – неразмеченная хроматограмма; 2 – размеченная хроматограмма с установленными позициями начала, вершины и конца для каждого пика анализируемого компонента.



Каждый пик может быть установлен явно или с применением настраиваемого алгоритма «автоматического поиска пиков» в заданном фрагменте хроматограммы.

Процедура явной установки пиков состоит в следующем:

- Первый маркер устанавливается в позицию начала пика (см. рис. ниже);
- Второй маркер устанавливается в позицию конца пика;
- Выполняется операция “Установить пик”.

Процедура явной установки пика даёт возможность установить пик даже там, где его фактически нет. Установленный таким образом пик может иметь

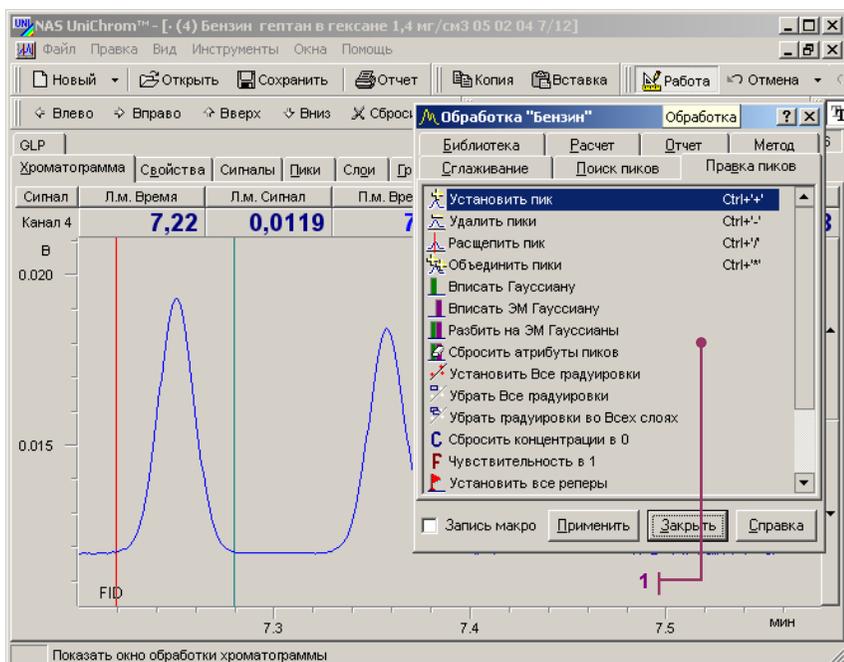
нулевую высоту и площадь, но при этом для него определены позиции начала, вершины и конца. Этот пик добавляется в коллекцию пиков и может быть использован в процедурах идентификации пиков другой хроматограммы.

Для разметки хроматограммы используются также дополнительные процедуры:

- Удаление пиков в заданном маркерами фрагменте хроматограммы;
- Расщепление пиков;
- Объединение пиков в один пик.

Рис. 69. Окно с закладкой "Правка пика".

1 – установка, удаление, расщепление и объединение пиков;

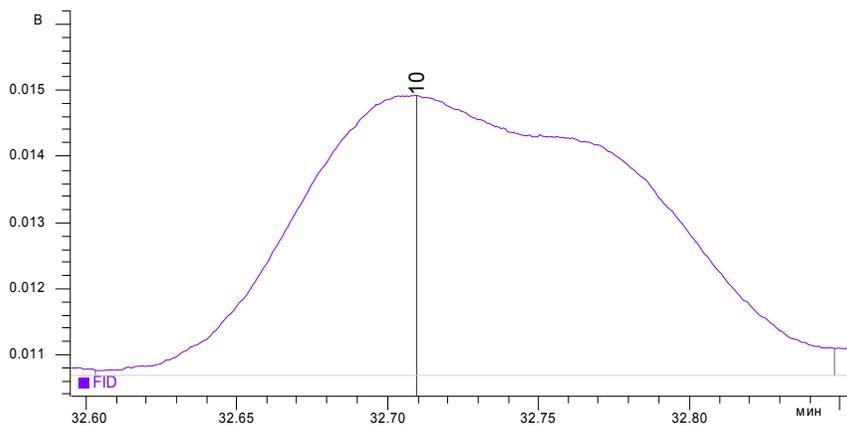


Удаление пиков не приводит к искажению измеренных данных. При выполнении данной операции пики удаляются из коллекции пиков (из списка пиков, который хранится в памяти компьютера), а на хроматограмме исчезает разметка, соответствующая удалённому пикам.

Процедура расщепления пиков используется, как правило, после выполнения процедуры автоматического поиска пиков, если алгоритм поиска пиков не удалось настроить на расщепление плохо разделённых (слитых) пиков



Рис. 70. Два плохо разделённых пика после выполнения процедуры автоматического поиска пиков распознаны как один пик



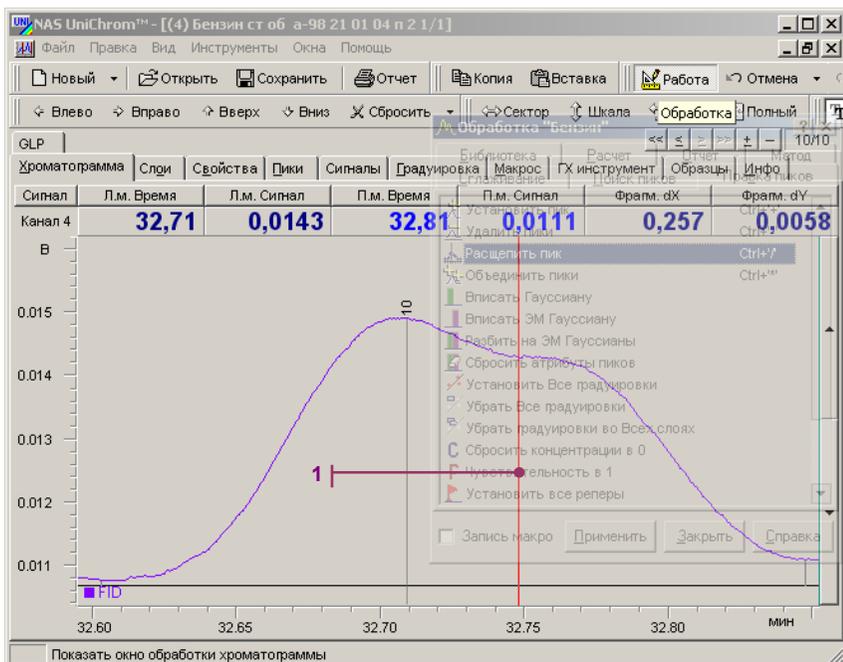
Для выполнения процедуры расщепления пика необходимо:

- Установить маркер (любой) на границу раздела пиков;
- Выполнить операцию "Расщепить пик";



Рис. 71. Пример расщепления пика на несколько долей.

1 – маркер на границе раздела пиков;

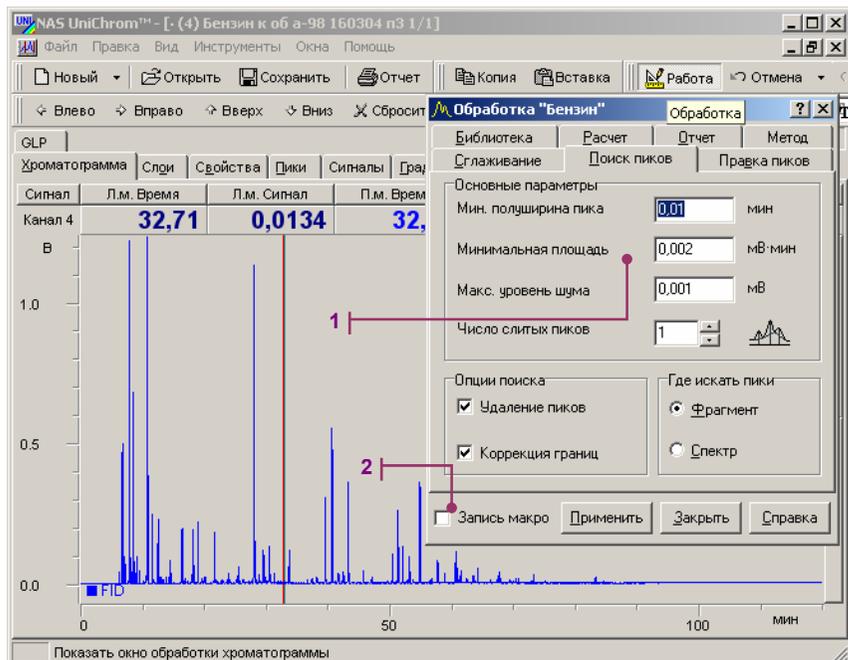


Разметка хроматограммы указанным выше способом может занять много времени, если анализируемая смесь включает в себя уже более 10-ти компонентов. В этом случае желательно применять алгоритм автоматического поиска пиков.



Рис. 72. Окно закладки "Поиск пиков".

1 – автоматический поиск пиков; 2 – ?.



Процедура поиска пиков является настраиваемой. Для её работы требуется задать следующие параметры:

- Минимальная полуширина пика;
- Минимальная площадь;
- Максимальный уровень шума;
- "Число слитых пиков";
- Удаление предыдущей разметки (удаление пиков);
- Поиск с коррекцией границ пиков.

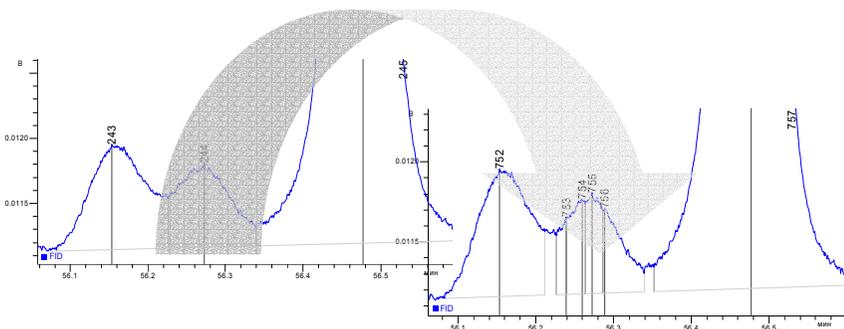
Начиная с версии программы 4.3 число слитых пиков определяется автоматически. Параметр "Число слитых пиков" превратился в параметр логического типа ("Да" / "Нет"). Если число слитых пиков установлено в 1 (один), то базовая линия для каждого пика будет проведена от долины к долине (valley to valley). Иначе используется метод опускания перпендикуляра к базовой линии.



Хроматограммы, богатые пиками разной полуширины, рекомендуется размечать процедурой поиска пиков в два и более этапов. Сначала алгоритм настраивается на поиск широких пиков (варьируется значение параметра поиска «минимальная полуширина пика»), а затем без удаления предыдущей разметки можно выполнить поиск более узких пиков и т. д.

Если процедуру поиска пиков, настроенную на обнаружение узких пиков, применить к участку хроматограммы с зашумлёнными широкими пиками, то результатом поиска может оказаться раздробление искомого пика на множество узких шумовых пиков.

Рис. 73. Иллюстрация поиска пиков в зашумленном спектре.



Широкий пик разбивается на большое количество узких пиков, которые обусловлены случайным распределением шума по контуру искомого пика.

Исправить указанную выше разметку можно повторным применением алгоритма поиска пиков с откорректированным параметром «минимальной полуширины» или использовать процедуру объединения пиков в один пик.

Применяя в определённом порядке указанные методы разметки к разным фрагментам хроматограммы, можно добиться желаемой разметки. Чтобы повторить такую «удачную» последовательность действий в будущем при обработке других однотипных хроматограмм, данную последовательность можно сохранить. Для этого требуется до применения процедур поиска и правки пиков установить флаг «Запись макро» (см. рис. выше).

Интегрирование хроматограммы – расчёт площадей пиков, высот пиков и параметров базовой линии – происходит автоматически при разметке хроматограммы.

5.1.3. Идентификация пиков

Под идентификацией пиков надо понимать процесс распознавания пиков путём сравнения их параметров удерживания с табличными параметрами (библиотечными параметрами). При этом каждому распознанному пику присваивается уникальное имя из библиотечной таблицы.

Распознавание хроматографических пиков осуществляется по времени выхода и (или) индексам удерживания (индексам Ковача).

В качестве библиотечной таблицы сравнения можно использовать таблицы пиков любого слоя текущего спектра хроматограмм и таблицы пиков любого слоя из любого другого файла системы UniChrom (*.\$\$\$).

Для выполнения идентификации пиков текущей хроматограммы необходимо иметь заготовленную ранее библиотечную таблицу пиков. Иначе не с чем будет сравнивать.

Рис. 74. Закладка “Библиотека” с набором вариантов идентификации установленных пиков.

1 – идентификация пиков; 2 – флаг установки команды записи команды макроса.

The screenshot displays the UniChrom software interface. The main window shows a chromatogram with several peaks labeled: пропан, метанол, 1-бутен, 2,2-диметилпропан, транс-2-бутен, цис-2-бутен, 3-метил-1-бутен, 2-пентен, 1-пентен, 2-пентен, цис-2-пентен, and 1-гексен. The x-axis represents time in minutes (мин), and the y-axis represents signal intensity. Two specific peaks are highlighted with retention times 7.95 and 0.0109. A dialog box titled "Обработка 'бензин'" is open, showing a list of processing options. Option 4, "Экспертная идентификация", is selected. Below the list, there are fields for "Параметры библиотеки" (active spectrum), "Слой библиотеки" (set to 1), and a checkbox for "Присваивать только имена". There are also radio buttons for "Фрагмент" (selected) and "Спектр". At the bottom of the dialog, there is a checkbox for "Запись макро" (checked) and buttons for "Применить", "Закрыть", and "Справка".

- В UniChrom интегрировано четыре метода идентификации.
- 1) Поиск ближайшего по времени выхода. Самый простой способ сопоставления пиков текущей таблицы с пиками библиотечной хроматограммы. Из списка пиков библиотеки выбирается пик, время выхода которого наиболее близко совпадает со временем выхода анализируемого пика и параметры этого библиотечного пика (включая уникальное имя) передаются анализируемому пику.
 - 2) Идентификация по индексам удерживания. Данный способ аналогичен предыдущему за исключением того, что в качестве параметра сравнения вместо времени удерживания используется индекс удерживания. Для выполнения данной процедуры требуется присвоить каждому пику текущей хроматограммы уникальный индекс удерживания.
 - 3) Идентификация по воротам времени. Данный способ аналогичен методу поиска ближайшего по времени. Но накладывается дополнительное условие. Расхождение между временами выхода текущего и библиотечного пиков не должно превышать допустимых временных ворот. Ворота в процентах времени удерживания пика указываются в библиотечной таблице пиков для каждого пика.
 - 4) Экспертная идентификация. Параметрами сравнения являются время выхода, высота и площадь под пиком. Временные ворота рассчитываются автоматически.

Известно, что времена выхода компонентов анализируемой смеси зависят не только от фазы колонки и её габаритов, но и от условий анализа: расхода газа-носителя и температуры колонки. На практике часто случается, особенно для хроматографов прошлых лет, что указанные условия «плывут» от анализа к анализу. Если условия были очень сильно изменены, то идентификация с поиском ближайшего по времени не даст положительного результата, так как библиотечная и текущая хроматограммы не совместятся. Они будут сдвинуты и растянуты друг относительно друга.

Теоретически идентификация по индексам удерживания и экспертная идентификация должны были устранить эффекты, вызванные изменением условий. Но практика показала, что условия могут изменяться даже во время анализа как в одну, так и в другую сторону и чем длиннее анализ, тем более это заметно. То есть, оказывается, что сравнивать текущую хроматограмму с библиотечной нужно не целиком, а отдельными фрагментами.

Все перечисленные методы идентификации могут работать как по всей хроматограмме, распознавая сразу все пики, так и по фрагментам.

Учитывая вышесказанное, можно ожидать, что идентификация всех пиков хроматограммы представляет собой длительный процесс: выбери фрагмент и примени процедуру идентификации, выбери второй фрагмент и снова примени процедуру идентификации, выбери третий фрагмент и т. д.

Для упрощения идентификации всех пиков при изменении условий хроматографирования было введено понятие репера.

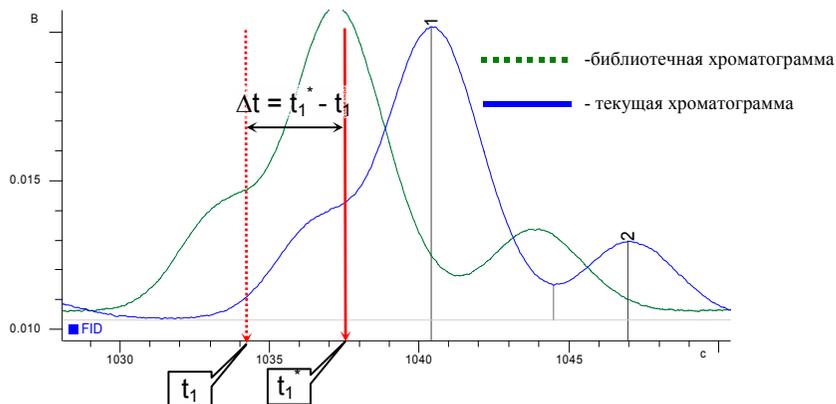
Репер это опорный пик, однозначно соответствующий пику библиотечной таблицы. Для создания такой однозначной связи опорный пик должен быть помечен меткой “репер” и называться так же, как библиотечный пик. Реперы разбивают хроматограмму на фрагменты. В каждом фрагменте свой сдвиг

и растяжение относительно библиотечной хроматограммы. Каждый метод идентификации компенсирует эти локальные сдвиги и растяжения и только затем выполняет процедуру распознавания.

С использованием реперов процесс идентификации выглядит следующим образом: пользователь устанавливает реперы (один, два и более – в зависимости от текущей ситуации) и один раз выполняет идентификацию по всей хроматограмме.

Коэффициенты сдвигов и растяжений текущей хроматограммы относительно библиотечной после выполнения любого метода идентификации остаются в памяти компьютера до тех пор, пока пользователь не выполнит снова какую-нибудь процедуру идентификации. Эти коэффициенты используются при автоматической обработке хроматограмм (по макросам) в процедурах явной установки, удаления, расщепления и объединения пиков. Поясним это следующим образом:

Рис. 75. Пример коррекции временной шкалы исходной измеренной хроматограммы.



Пусть при создании макроса автоматической обработки было указано, что в момент времени t_1 необходимо расщепить пик. Во время измерения текущей хроматограммы произошёл её сдвиг относительно библиотечной на время Δt . Очевидно, что в момент времени t_1 расщеплять пик уже нельзя. При автоматической обработке текущей хроматограммы алгоритм идентификации, который должен был исполниться до момента расщепления, определяет этот сдвиг Δt . Процедура расщепления учитывает этот сдвиг, определяя текущий момент расщепления как $t_1^* = t_1 + \Delta t$. Следовательно, реальное расщепление пика произойдёт в точке t_1^* .

Расчёт сдвига и растяжения можно выполнить и без распознавания пиков. Смотри первый пункт списка процедур на странице «Библиотека» в окне «Обработка».

Применяя в определённом порядке указанные методы идентификации к разным фрагментам хроматограммы, можно добиться желаемого результата распознавания. Чтобы повторить такую «удачную» последовательность действий в

будущем при обработке других однотипных хроматограмм, данную последовательность можно сохранить. Для этого требуется перед применением процедуры идентификации установить флаг “Запись макро” (см. рис. выше).

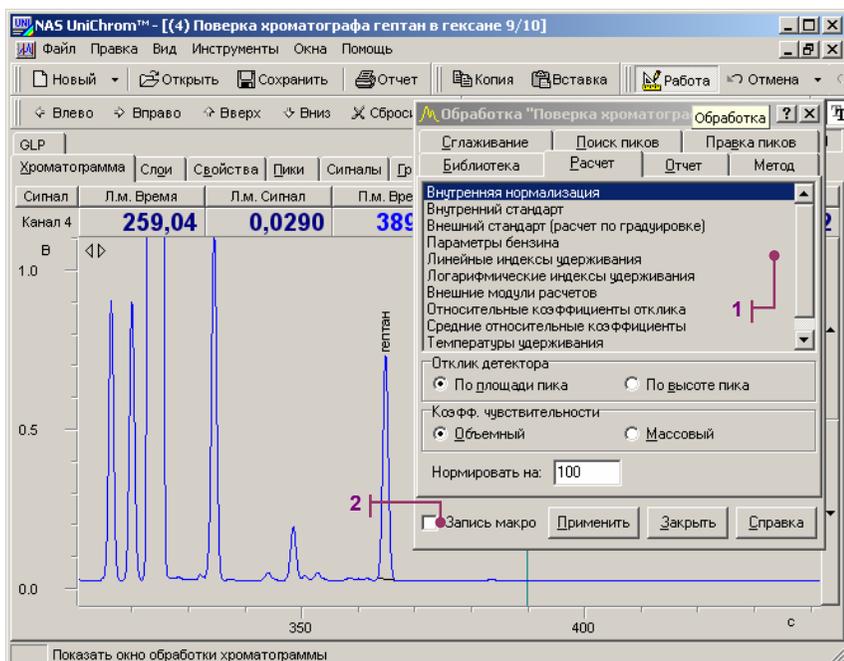
5.1.4. Расчёт концентраций

В UniChrom интегрированы все три стандартных метода расчёта концентраций:

- Метод внутренней нормализации;
- Метод внутреннего стандарта;
- Метод внешнего стандарта (расчёт по абсолютной или относительной градуировке).

Рис. 76. Окно закладки “Расчет”.

1 – расчет концентраций; 2 – ?.



Чтобы повторить метод расчёта при обработке однотипных хроматограмм в автоматическом режиме, данный метод можно сохранить. Для этого требуется перед применением процедуры расчёта установить флаг “Запись макро” (см. рис. выше).



После выполнения любой процедуры расчёта в таблице пиков пересчитываются групповые концентрации.

Групповая концентрация – суммарная концентрация пиков одной группы.

Рис. 77. Пример расчета групповых концентраций.

1 – фиктивные пики.

№	Имя пика	t _c	A, мВ·с	S, %	Групп. индекс
31	30	430,240	0,27254	0,0000	0,00000
32	31	449,000	7,71781	0,0020	0,00000
33	32	453,080	0,51944	0,0001	0,00000
34	33	455,880	0,35752	0,0001	0,00000
35	34	460,640	0,64384	0,0001	0,00000
36	35	468,920	0,29067	0,0000	0,00000
37	36	481,360	0,67274	0,0001	0,00000
38	37	489,520	0,68298	0,0001	0,00000
39	38	493,480	1,29652	0,0003	0,00000
40	39	499,120	5,21871	0,0014	0,00000
41	40	507,160	0,41257	0,0001	0,00000
42	41	525,720	0,97391	0,0002	0,00000
43	42	539,880	4,07012	0,0011	0,00000
44	43	548,840	0,17336	0,0000	0,00000
45	44	585,000	1,57125	0,0004	0,00000
46	Примеси		3411,77620	0,92033	0,00000
47	гексан		366484,50592	98,86001	1,00000
48	гептан		814,23179	0,21966	2,00000

Групповые концентрации приписываются к так называемым фиктивным пикам. Фиктивных пиков нет на хроматограмме, но они есть в таблице пиков (см. рис. выше). Эти пики можно использовать в других расчётах как встроенных, так и внешних. Эти пики можно использовать как итоговый результат обработки хроматограммы в отчётах и т. д.



5.1.5. Вывод результатов измерений на печать

В UniChrom есть два типа отчетов – встроенный и внешний:

Встроенный отчет настраивается внутри программы. Настройка заключается в выборе разделов, которые будут выводиться на печать. Это свойства спектра хроматограмм, локальные свойства текущей хроматограммы, хроматографический метод, график, таблица пиков, градуировочная информация и дополнительная информация, то есть содержание каждой страницы данных окна спектра хроматограмм.

Допускается выполнить предварительный просмотр отчета в любой момент времени.

Применение процедуры встроенного отчета без лишних вопросов выводит текущий отчет на принтер.

Чтобы повторить процедуру встроенного отчета в автоматическом режиме, данную процедуру можно сохранить отдельным пунктом в макросе. Для этого требуется перед применением процедуры встроенного отчета установить флаг “Запись макро”.

Рис. 78. Окно закладки “Отчет”. Возможности встроенного отчета.

1 – встроенный отчет; 2 – ?.

GLP | [(4) Проверка хроматографа геттан в гексане 9/10]

Файл Правка Вид Инструменты Окна Помощь

Новый Открыть Сохранить Отчет Копия Вставка Работа Отмена

Обработка "Проверка хроматографа" | Обработка

Сглаживание Поиск пиков Правка пиков

Библиотека Расчет Отчет Метод

Встроенный Внешний

Разделы отчета

Свойства хроматограммы Пики

Локальные свойства слоя Градуировка

Хроматографический метод Инфо

График

По умолчанию ...

Запись макро Применить Закрыть Справка

Сигнал	Л.м.	Время	Л.м.	Сигнал	П.м.	Е
Канал 4		286,60	0,028912		54	

Показать окно обработки хроматограммы



Внешний отчёт создаётся не в UniChrom. Это может быть MS Word или MS Excel. Программа UniChrom может общаться с другими приложениями по каналу DDE или через OLE интерфейс, передавая данные о хроматограммах и пиках. Указанные выше приложения способны по этим каналам получать данные от других приложений. Это и было использовано для генерации внешних отчётов. Выбрав шаблон отчёта (*.doc для MS Word, *.xlt или *.xls для MS Excel) предлагаемого из списка, или явно указав имя файла внешнего отчёта, можно выполнить данную процедуру. Отчёт формируется в выбранном приложении. Распечатать его можно средствами того приложения, которое было открыто. Вывод на печать отчёта в данном случае не автоматический. С другой стороны это удобно. Отчёт можно не печатать, а просто сохранить его на диске, то есть можно уйти от бумажного производства и вести полностью электронный журнал анализов.

Указанным выше способом можно поднимать любые приложения, а также выполнять любые внешние программы, написанные практически на любом языке программирования, имеющем возможности создания объектов OLE Automation:

- 1) UniChrom может открыть Web-страницу, содержащую сценарий JavaScript, который, получив данные из UniChrom, передаст их на сервер по протоколу HTTP.
- 2) UniChrom может запустить на выполнение сценарий VisualBasic (*.vbs) или JavaScript (*.js), которые являются стандартными скриптами для современных Windows.
- 3) UniChrom может выполнить любое *.exe приложение, которое будет взаимодействовать с ним, используя интерфейс OLE Automation.
- 4) UniChrom может заставить ОС открыть любой документ, который распознаётся Windows shell (то есть расширение файла-документа зарегистрировано в системе, например: *.doc, *.xlt, *.cdr, *.mdb, *.html, *.bat, *.pl, и т.д.).

Это даёт возможность быстро написать свою специфическую функцию, которая расширит возможности программы UniChrom дополнительными процедурами и методами расчёта не прибегая к перекомпиляции программы.

Чтобы повторить процедуру внешнего отчёта в автоматическом режиме, данную процедуру можно сохранить отдельным пунктом в макросе. Для этого требуется перед применением процедуры внешнего отчёта установить флаг "Запись макро".





Рис. 79. Окно закладки "Отчет". Возможности внешних отчетов.

1 – внешний отчёт (или внешний расчёт); 2 – ?.

The screenshot displays the UniChrom 4.6 software interface. The main window shows a chromatogram with several peaks labeled: 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42. The x-axis is labeled 'С' (min) and the y-axis is labeled 'В' (AU). A table at the top of the chromatogram window shows the following data:

Сигнал	Л.м. Время	Л.м. Сигнал	П.м. Е
Канал 4	286,60	0,028912	54

The dialog box titled "Обработка 'Поверка хроматографа'" is open, showing the "Отчет" (Report) tab. It contains the following elements:

- Buttons: "Сглаживание", "Поиск пиков", "Правка пиков", "Библиотека", "Расчет", "Отчет", "Метод".
- Radio buttons: "Встроенный" (selected), "Внешний".
- Text field: "Используемый шаблон отчета" with the value "C:\UniChrom\unichrom.xlt".
- Text field: "Приложение - сервер" with the value "c:\program".
- File list: A list of files including uc2002.dot, ucform.html, unichr95.dot, unichr97.dot, unichrom.xlt, and uc2002.dot. A red arrow labeled "1" points to the "unichrom.xlt" file.
- Buttons: "Прервать", "Запись макро" (unchecked), "Применить", "Закрыть", "Справка". A red arrow labeled "2" points to the "Запись макро" checkbox.

At the bottom of the main window, there is a button labeled "Показать окно обработки хроматограммы".





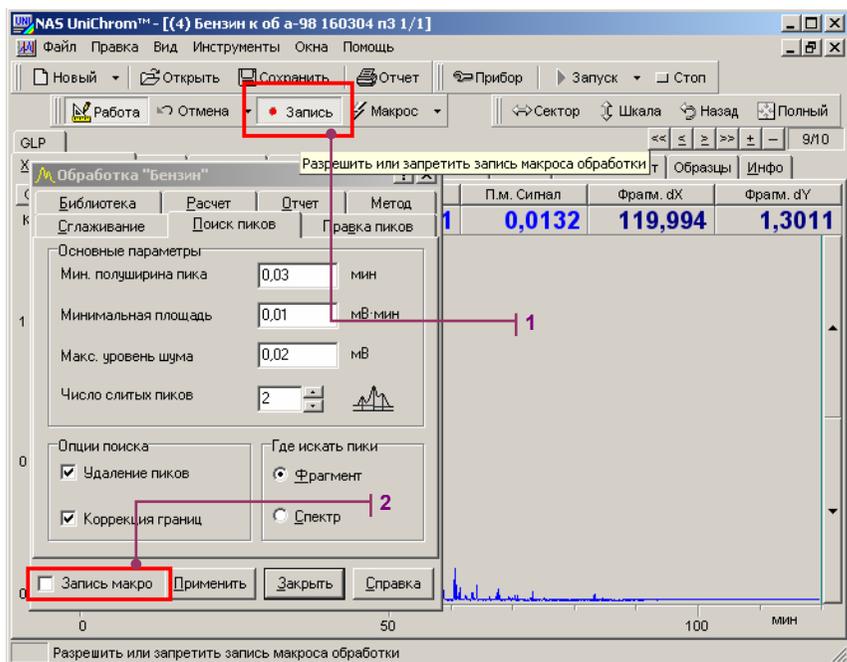
5.1.6. Запись макро

Процедуры обработки хроматограмм, представленные в диалоговом окне “Обработка”, рассматриваются как отдельные команды, каждая со своими параметрами. Последовательность таких команд с параметрами образует макрокоманду (или макро-процедуру) обработки хроматограмм, которая называется в UniChrom макросом или сценарием обработки.

Последовательность команд записывается во время обработки при установленном флаге “Запись макро” в окне “Обработка” или при нажатой кнопке “Запись” на панели инструментов “Обработка”.

Рис. 80.

1, 2 – “запись макро”.



Количество команд в макросе не нормируется. Команды могут быть записаны в любой очерёдности. Единственное условие, которое желательно соблюдать при создании макроса, это чтобы последовательность команд имела смысл. Например, не имеет смысла последовательность установки пика, а затем его удаление или идентификация пиков в момент, когда этих пиков ещё нет на хроматограмме, или автоматический поиск пиков, а затем сглаживание измеренных данных и так далее. Программа UniChrom в любом случае выполнит данную макрокоманду, но результат будет нулевой.



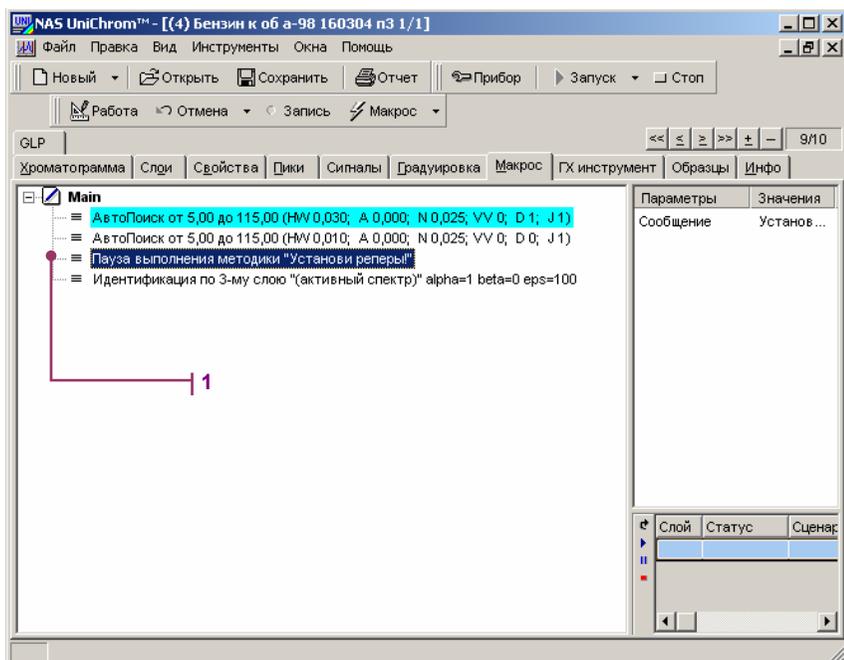
В общем случае, макрос должен состоять из пяти последовательных (основных) этапов обработки хроматограмм, о которых говорилось выше. Это сглаживание измеренных данных, поиск и установка пиков, идентификация пиков, расчёт и вывод результатов на печать.

В частных случаях макросы могут представлять собой более сложные последовательности процедур обработки.

Макросы хранятся в файле вместе с данными, отображаются в одном окне с данными и используются для автоматической обработки хроматограмм в этом окне. Возможности использования сценариев обработки из других файлов и окон в UniChrom не предусмотрены.

Рис. 81. Отображение макросов в окне спектра на странице "Макрос"

1 – последовательность команд обработки, образующих макрос.



Слева на данной странице располагаются последовательности команд обработки, а справа – параметры выбранной команды.

Процесс создания макроса может выглядеть следующим образом:

- 1) Измеряете хроматограмму или открываете ранее измеренную хроматограмму с диска.
- 2) Смотрите. Если требуется сглаживание, выполняете сглаживание одним из имеющихся способов.

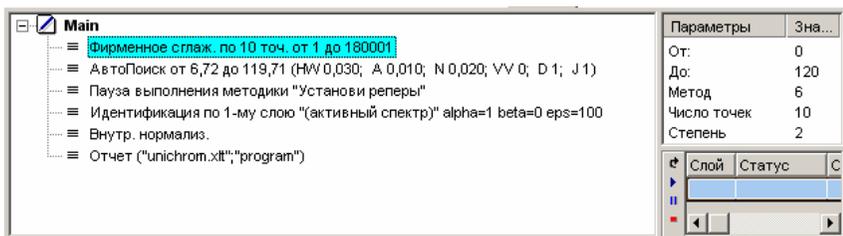


- 3) Если результат сглаживания не удовлетворительный, делаете откат, нажимая кнопку “Отмена” на панели инструментов “Обработка”;
- 4) Повторяете пункты 2 и 3 до тех пор, пока результат не окажется удовлетворительным;
- 5) Опять осуществляете откат, чтобы повторить удачное сглаживание для записи в макрос;
- 6) Включаете запись макроса;
- 7) Повторяете удачное сглаживание. При этом соответствующий пункт попадает в список команд макроса, в чём можно убедиться, зайдя на страницу “Макрос”;
- 8) Снимаете флаг записи макро (чтобы дальнейшие промежуточные действия по обработке не попали в макрос);
- 9) Настраиваете параметры автоматического поиска пиков и выполняете эту процедуру;
- 10) Если результат автоматического поиска не удовлетворительный, делаете откат, нажимая кнопку “Отмена” на панели инструментов “Обработка”;
- 11) Повторяете пункты 9 и 10 до тех пор, пока результат поиска пиков не окажется положительным;
- 12) Опять осуществляете откат, чтобы повторить удачный поиск для записи в макрос;
- 13) Включаете запись макроса;
- 14) Повторяете удачный поиск. При этом соответствующий пункт попадает в конец списка команд макроса. Так как предыдущей была команда сглаживания, то пункт автоматического поиска будет следовать за пунктом сглаживания;
- 15) Снимаете флаг записи макро (чтобы дальнейшие промежуточные действия по обработке не попали в макрос);
- 16) Выполняете идентификацию одним из имеющихся способов. При этом в качестве библиотеки выбираете ранее измеренную и обработанную хроматограмму;
- 17) Если результат идентификации не удовлетворительный, делаете откат;
- 18) Повторяете пункты 16 и 17 до тех пор, пока результат идентификации не окажется положительным. Не забывайте, что для корректной идентификации может потребоваться установка реперных пиков и возможно перед идентификацией следует сделать паузу в методике для установки реперов;
- 19) Опять осуществляете откат, чтобы повторить удачную идентификацию;
- 20) Включаете запись макроса;
- 21) Повторяете удачную процедуру идентификации. При этом соответствующий пункт попадает в конец списка команд макроса;
- 22) Выполняете расчёт и создаёте отчёт (встроенный или внешний). При этом соответствующие пункты один за другим попадут в конец списка команд макроса;
- 23) Снимаете флаг записи макро;
- 24) Сохраняете внесённые изменения, нажав кнопку “Сохранить” на панели инструментов “Стандартная” или через меню “Файл \ Сохранить”.

Всё. Макрос готов!



Рис. 82. Отображение макросов в окне спектра на странице "Макрос"



Теперь созданный макрос можно применять для автоматической обработки всех однотипных хроматограмм в данном окне.





6. Приложения. Аналитические решения





6.1. Введение

Конечным результатом хроматографических количественных измерений должен быть итоговый протокол. В нём должны быть отражены условия выполнения измерений, результаты калибровки прибора, результаты непосредственно измерений испытуемого образца и рассчитанные метрологические характеристики, такие как среднее значение, сходимости, соответствие полученных значений требованиям соответствующей нормативной документации.

Пакеты программного обеспечения ведущих фирм, производителей аналитического оборудования, как правило, обеспечивают создание простых отчетов. Однако создать самостоятельно итоговый отчет, в котором были бы представлены расчеты сходимости и, например, расчет компонентного состава природного горючего газа по ГОСТ 23781 и его теплотворной способности по ГОСТ 22667 не представляется возможным. То же относится и к процедуре проведения поверки хроматографа. В протоколе должны быть представлены результаты определения сходимости по 10 измерениям и воспроизводимости по 10 измерениям, определения минимального предела детектирования.

С целью создания доступных средств выполнения поставленной задачи как для опытного исследователя, владеющего навыками программирования, так и для рядового лаборанта в заводской лаборатории был разработан методический подход, заключаемый в следующем.

Все исходные данные из системы UniChrom по условиям выполнения измерений, полученные данные по измерениям градуировочных смесей и испытываемых образцов доступны и передаются посредством OLE Automation в таблицы MS Excel. Формирование необходимой структуры и расчет требуемых по НД величин осуществляется непосредственно в таблице средствами MS Excel.

Именно такой подход позволил достигнуть полной автоматизации выполнения хроматографических исследований в контрольных лабораториях крупных предприятий нефтехимической промышленности России, Украины и Беларуси. Практика внедрения системы UniChrom в различных отраслевых лабораториях показала, что создать полный итоговый отчет вполне возможно рядовому лаборанту на основе уже имеющегося пакета шаблонов, размещенного на сайте www.unichrom.com.

6.2. Построение автоматического алгоритма методики выполнения измерений и формирования итогового отчёта средствами UniChrom и MS Excel

Рассмотрим наиболее общий случай методики выполнения измерений, когда поправочные относительные коэффициенты чувствительности для каждого из анализируемых компонентов находятся с помощью калибровочной кривой, и анализ рабочих проб выполняется с применением внутреннего стандарта.



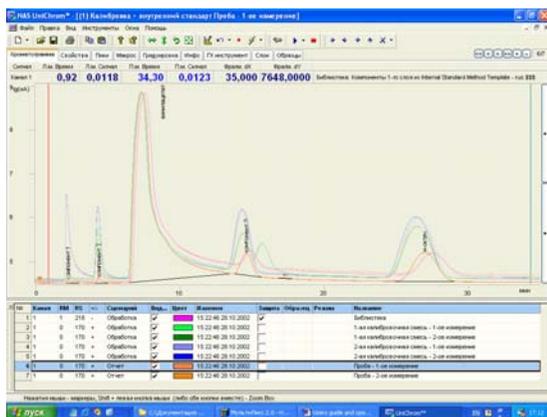
Используем размещенный на сайте www.unichrom.com пакет шаблонов, например, на русском языке, **Internal Standard Method Templates – rus**. Скопируем его с сайта и разместим на своем компьютере по адресу **C:\Unichrom\Internal Standard Method Templates – rus**. В пакете находятся два файла **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$** и **Internal Standard Method Template – rus.xlt**

Файл-шаблон **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$** содержит семь слоев. 1-й слой зарезервирован для формирования библиотечного слоя. В 2-5 слоях записываем калибровки. Во 2-м и 3-м слоях записываем хроматограммы смеси, содержащей наименьшее количество добавки, а в 4-м и 5-м слоях – наибольшее количество добавки. Таким образом, смесь с одним и тем же количеством добавки прописываем по два раза для определения. В 6-м и 7-м слоях записываем непосредственно анализируемую пробу. Метод добавки применяется всякий раз, когда исходный основной растворитель, буфер, уже содержит заметное, но неизвестное заранее точно количество исследуемых примесей.

На приведенном рисунке закладки "Спектр" видны шесть слоев, с 2-го по 7-й. Для удобства библиотечный слой, имеющий много больших пиков, отключен от просмотра. Хорошо видны сгруппированные попарно хроматограммы калибровочных слоев 2 – 3 и 4 – 5, относящихся к двум различным точкам калибровки. Слои 6-7 соответствуют двум измерениям анализируемой пробы.

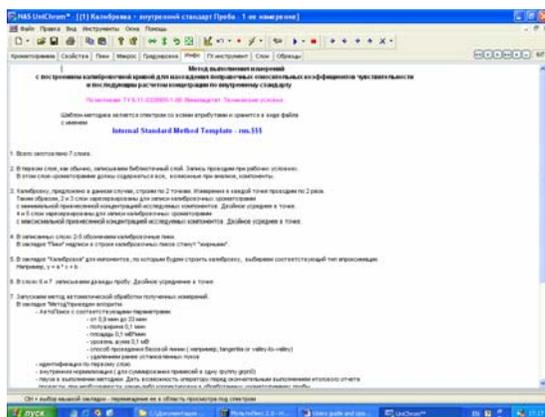
Последующая обработка полученных данных и построение бланка итогового отчёта проводится с помощью соответствующего шаблона **Internal Standard Method Template – rus.xlt**, находящегося по адресу **C:\Unichrom\Internal Standard Method Templates – rus\Internal Standard Method Template – rus.xlt**.

Рис. 83. Вид окна UniChrom с открытым файлом **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$**, закладка "Спектр". В нижней части окна UniChrom видна закладка "Слои". В ней приведена наиболее необходимая информация о записанных хроматограммах.



Необходимо отметить, что в закладке "Инфо" можно записать подробное описание выполняемой МВИ, включая процедуру пробоподготовки, порядка построения калибровок, справочных таблиц, описания алгоритма последующего расчёта, различных примечаний.

Рис. 84. Вид окна UniChrom с открытым файлом **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$**, закладка "Инфо".



Создание шаблона конкретной МВИ предполагает выполнение следующих этапов.

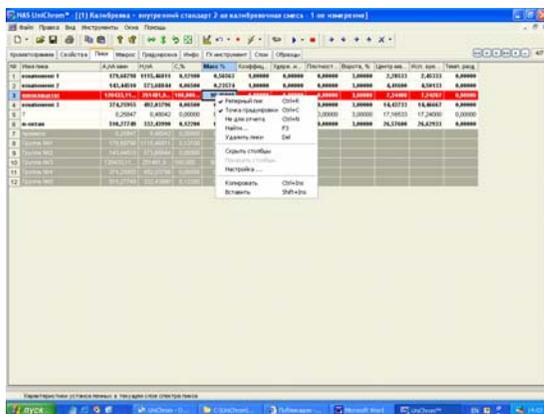
В первом слое, как обычно, записываем хроматограмму, которая будет впоследствии библиотечным слоем. Запись проводим при рабочих условиях. В этом слое должны содержаться все, возможные при анализе, компоненты. Выполняем поиск пиков, их идентификацию. Во избежание случайных изменений данных библиотечного слоя защищаем его. Напомним, в закладке "Свойства" параметру "Защита" присваиваем значение – 1.

В закладке "Свойства" записываем название спектра, задаем длительность записи хроматограммы, номер канала, по которому будет вестись регистрация, полярность сигнала, число требуемых слоев, режим фильтрации и т. д. Переходя от слоя к слою, каждый из них подписываем. Например, 1-й слой – библиотека, 2-й слой – калибровка 1(1), 3-й слой – калибровка 2(1), 4-й слой – калибровка 1(2), 5-й слой – калибровка 2(2), 6-й слой – проба 1(1), 7-й слой – проба 2(1).



В закладке "Пики" в записанных слоях 2 – 5 обозначаем калибровочные пики. Надписи в строке калибровочных пиков станут "жирными".

Рис. 87. Вид окна UniChrom с открытым файлом **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$**, закладка "Пики".

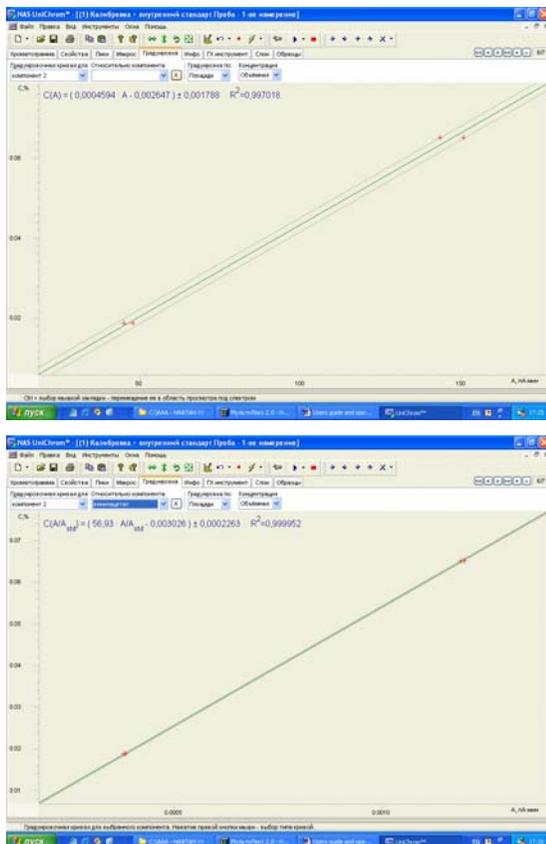


В закладке "Калибровка" для компонентов, по которым будем строить калибровку, выбираем соответствующий тип аппроксимации. Например, линейную, $y = a * x + b$.





Рис. 88. Вид окна UniChrom с открытым файлом **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$**, закладка “Калибровка”. Градуировка в нижнем окне приведена при нормировании каждого отклика исследуемого компонента на пик основного компонента винилацетата. Улучшение качества градуировки очевидно.



В 6-ом и 7-ом слоях записываем дважды пробу. Строим алгоритм автоматической обработки хроматограммы. Выбрав оптимальные параметры автоматического поиска пиков, записываем его в виде макроса.

В случае длинной хроматограммы, особенно со сложной температурной программой, поиск пиков может быть выполнен поэтапно в различных фрагментах. Далее указываем, по какому слою проводить идентификацию.

Следующим шагом необходимо задать проведение соответствующего расчёта. Перед окончательным формированием итогового отчёта целесообразно предоставить оператору возможность провести, если это необходимо, какие-либо



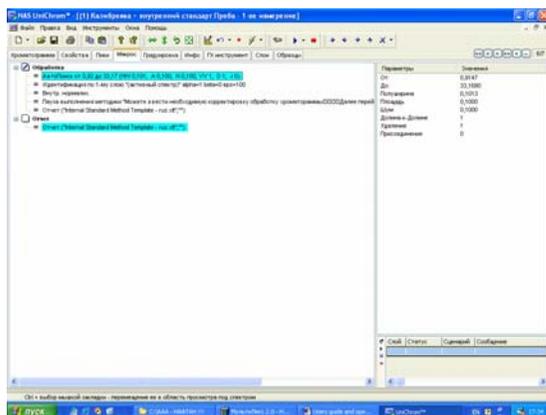
корректур в обработке хроматограмм пробы. Это осуществляется введением команды "Пауза" с выводом соответствующего комментария на экран.

В закладке "Метод" приведен пример записанного алгоритма.

Автопоиск с соответствующими параметрами:

- от 0,9 мин до 33 мин;
- полуширина 0,1 мин;
- площадь 0,1 мВ*мин;
- уровень шума 0,1 мВ;
- способ проведения базовой линии;
- удалением ранее установленных пиков;
- присоединение;
- идентификация по первому слою;
- внутренняя нормализация (для суммирования примесей в одну группу grp0);
- пауза в выполнении методики;
- непосредственное выполнение итогового отчёта по заготовленному шаблону с именем **C:\UNICHROM\Шаблоны\Калибровка + внутренний стандарт.xlt**.

Рис. 89. Вид окна UniChrom с открытым файлом **Internal Standard Method Template – rus.\$\$\$**, закладка "Макрос".



Далее данные передаются в Excel, где и происходит окончательная генерация итогового отчёта. Первый раз в шаблоне отчёта оператору необходимо в соответствии с всплывающими указаниями:

- 1) вставить логотип своей организации;
- 2) ввести имя своей организации и имя своей лаборатории;
- 3) кратко описать процедуру применяемого расчёта;
- 4) ввести имена используемых в расчётах компонентов и стандарта;
- 5) ввести концентрацию или количество внутреннего стандарта;
- 6) ввести концентрацию или количество включений, определяемых другими методами;



- 7) выбрать из предлагаемого списка фамилию оператора, проводившего измерения.

После практической апробации работы написанных шаблонов **Internal Standard Method Template – rus. \$\$\$** и **Internal Standard Method Template – rus.xlt** их целесообразно переименовать на подходящие имена, например, **Примеси в винилацетате по ТУ 6-11-0209955. \$\$\$** и **Примеси в винилацетате по ТУ 6-11-0209955.xlt** и сохранить в папке **Примеси в винилацетате по ТУ 6-11-0209955** каталога **UniChrom**.

Рис. 90. Экранная копия выполнения шаблона **Примеси в винилацетате по ТУ 6-11-0209955.xlt**. Режим апробации.



Имя "Вашей Организации"

Имя Вашей Лаборатории



Логотип Вашей Организации

Имя спектра: **Капировка + внутренний стандарт**

Имя слия спектра: **Проба 2**

Файл: **C:\UNICHROM\SAMPLES\Капировка + внутренний стандарт. \$\$\$**

Дата	24.03.00	Инструм.	LNNet(2)	Частота	6.250 Hz	Алгоритм	Вол	Температура	10
Время	10:17	Канал	21	Коефф.	218	Длительн. инт.	35.00 min		

Рассчит массовый долей компонентов в анализируемом методом внутреннего стандарта

$$C_i = \frac{K_i \cdot S_i}{S_c} \cdot C_c$$

$K_i = k_i / k_c$ - относительные поправочные коэффициенты
 $k_i = k_i \cdot m_i$

где $k_i = \frac{c_{i2} \cdot \gamma_{i1}}{s_{i2} \cdot \gamma_{i1}}$

k_i - имеет смысл тангенса угла наклона калибровочной кривой компонента,
 s_{i2} - имеет смысл ("нулевой") концентрации компонента в исходном растворе (blank)

Калибровка:

Компонент	Имя-элем.	Площадь 1	Площадь 2	Ср Плот	Сход-сть, % К/ис, мас%	K_c	k_i	b_i
компонент 1	2 к 3	0,7374	0,7161	0,7267	2,928	0,0005		
	4 к 5	179,6880	188,3912	184,0396	4,729	0,121	2,8693	0,000657 2,23E-05
компонент 2	2 к 3	47,9396	45,2689	46,6143	5,722	0,0187		
	4 к 5	143,4451	150,7356	147,0904	4,956	0,065	2,0114	0,000461 -0,00278
компонент 3	2 к 3	96,8239	92,5962	94,7101	4,464	0,0169		
	4 к 5	374,2595	393,8702	384,0649	5,106	0,065	0,7256	0,000166
н-октан	2 к 3	340,4692	319,5216	329,9954	6,348	0,0773		
	4 к 5	510,2775	539,9440	525,1107	5,650	0,122	1,0000	0,000259

Проба:

Компонент	Имя-элем.	Площадь 1	Площадь 2	Ср Плот	Сход-сть, % К/ис, мас%	Limit	Соответствие норме
примеси	6 к 7	0,5629	1,2421	0,9025	75,255	0,000208	0,001 ОК !
компонент 1	6 к 7	0,5599	0,7179	0,6389	24,734	0,000423	0,001 ОК !
	6 к 7	1,1817	2,1731	1,6774	59,103	0,000779	0,001 ОК !
компонент 2	6 к 7	28,5438	29,5895	29,0676	3,590	0,004868	0,001 ОК !
	6 к 7	70,8348	65,2227	68,0288	8,250	0,0157	0,001 0,0039 NO !
н-октан	6 к 7					0,0150	0,001 0,0140 NO !
влага						0,0013	0,001 0,0003 NO !
использован						0,00034	0,001 ОК !
гидроксиэтан							

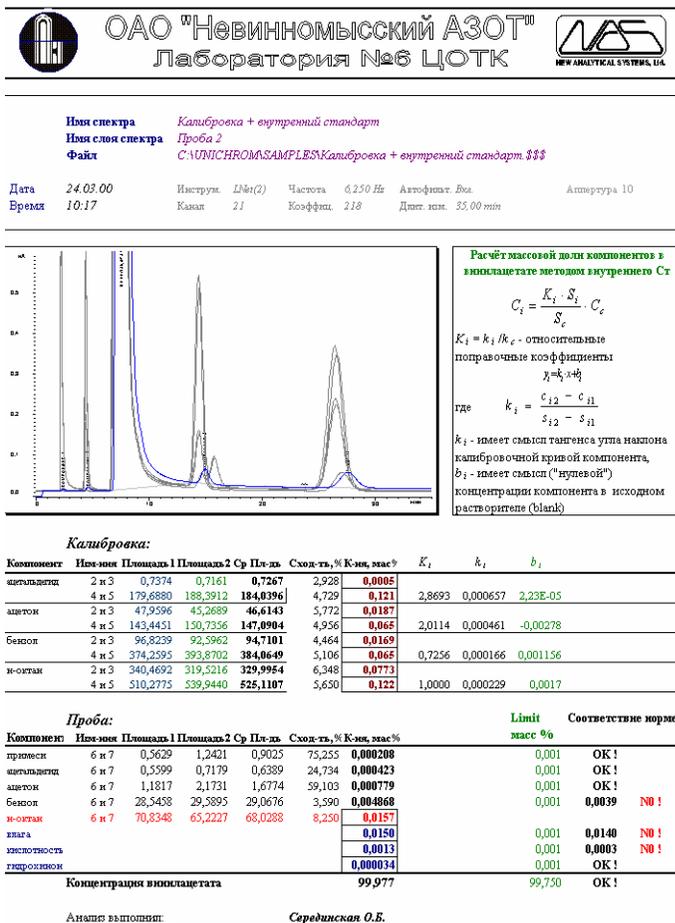
Концентрация винилацетата: **99,977** 99,750 ОК !

Анализ выполнен: _____ Середничная О.Б.





Рис. 91. Итоговый отчёт выполнения шаблона **Примеси в винилацетате по ТУ 6-11-0209955.xlt.**





6.3. Руководство по использованию "Журнала учета анализов для токсикологических лабораторий наркодиспансеров"

Пакет ПО "Журнал учета анализов для токсикологических лабораторий наркодиспансеров" предназначен для автоматизации обработки хроматографических измерений в токсикологических лабораториях, формирования итогового отчета, занесения сопроводительной документации в базу данных и выдачи заключения установленного образца в соответствии с МВИ 1329 "Методика газохроматографического определения этилового спирта в жидких биологических средах".

6.3.1. Установка ПО "База"

Установка осуществляется с дистрибутивных дискет при поставке ПО, и заключается только в запуске программы **SETUP.EXE** с **диска 1** и последующем добавлении по требованию программы дисков 2-5. Установка производится в каталог "**Program Files\NASAlcohol**". По окончании установки в меню запуска создается ссылка **Base**.

6.3.2. Состав ПО

В состав программного обеспечения база входят следующие компоненты:

- 1) Редактор базы данных **BASE.EXE**. Редактор предназначен для просмотра, изменения, поиска и печати информации о проведенных анализах;
- 2) ПО связи системы UniChrom™ с базой данных анализов. ПО предназначено для переноса введенной пользователем информации из системы UniChrom™ в "Журнал" (базу данных);
- 3) Шаблон спектра UniChrom (**кровиNew. \$\$\$**), предназначенный для регистрации и обработки хроматографических данных, а также для ввода данных об объекте анализа. В условиях конкретной лаборатории этот шаблон модифицируется, для соответствия конкретному хроматографическому комплексу, и сохраняется в папке **UniChrom** под именем **default. \$\$\$**;
- 4) Форма справки утвержденного образца (**наркодисп.xlt**). Форма предназначена для оформления результатов анализа. Обработка формы проводится программой Microsoft Excel;
- 5) Дополнительные модули, которые скрыты от пользователя.

6.3.3. Запуск программного обеспечения

Для того, чтобы все ссылки на базу данных были корректными следует один раз после установки запустить программу "Журнала" – **BASE.EXE**. Для



запуска выберите значок **Base** в меню запуска – **Пуск->Программы->Base**. В дальнейшем программа просмотра журнала может использоваться в любое время (до, после или во время анализов).

6.3.4. Работа с программным обеспечением

Открыть новое окно для проведения анализов в **UniChrom** ("Новый метод" – ).

Подготовится к вводу пробы в хроматограф (нажать **один раз** кнопку "Запуск" –  в **UniChrom**).

Произвести ввод пробы в хроматограф и **БЕЗ ЗАДЕРЖКИ** нажать кнопку "Старт" соответствующего на блоке АЦП.

Заполнить все поля в "Свойствах" окна спектра **UniChrom**, где проводится измерение. После ввода строки в ячейку таблицы нажимать [↵ Enter] или [←] [↑] [⇒] [↓].

Проверить правильность введенных данных. Так как для работы всей системы используется две программы, а именно: **UniChrom** и **Microsoft Excel**, то следует обращать внимание, какая из программ активна (способна реагировать на действия пользователя) и в случае необходимости менять активность программ, выбирая нужную мышкой. По окончании расчета UniChrom с помощью небольшого окошка спросит о необходимости внесения данных в базу.

6.3.5. Нештатные ситуации

При возникновении нестандартных ситуаций (системные сообщения об ошибках, перерыв в электроснабжении, некорректная перезагрузка /без "Пуск – Завершить заботу"/), следует внимательно читать сообщения и действовать в соответствии с предлагаемыми по умолчанию вариантами. Программа **Scandisk**, которая появляется при неверном выключении или внезапной перезагрузке, выполняет проверку целостности папок и данных на диске. Если это программа обнаружила "потерянные кластеры", то их следует "Удалить" без создания "Undo диска".

6.3.6. Вид программы - редактора "Журнал учета проведенных анализов"

Эта программа предназначена для поиска, внесения изменений и печати, как всего журнала, так и выбранных строк.



Рис. 92. Экранная копия журнала в виде таблицы и паспорта анализа.

NAS - Журнал учета проведенных анализов
 версия 1.0.1.7

Форма | Таблица

№: 3455 Дата анализа: 22.05.1999 Дата поступления: 27.05.1999 Дата забора: 26.05.1999 Время забора: 22.05

Учреждение: ИГКБ Кому направляется заключение: Петрову Емельяну Леонидовичу

Название объекта: кровь, Козлова Игоря Владимировича г.р. 1975 Обстоятельства дела: ДТП

Цель исследования: На обнаружение этилового спирта Отклонения в норме: Отклонения отсутствуют

Результат исследования: Этиловый спирт не обнаружен Анализ провел, Ф.И.О.: Чубков А.М.

Результат забрал: Петров К.Р.

Обновить данные или изменения

Рис. 93. Возможен просмотр журнала в виде таблицы и поиск в журнале с использованием запросов.

NAS - Журнал учета проведенных анализов
 версия 1.0.1.7

Форма | Таблица

№	Дата анализа	Дата поступления	Дата забора	Время забора	Учреждение	Кому
19323	10.01.1996	11.01.1996	10.01.1996	13.43	ИГКБ	Гл. врач
19398	10					На гл. е
11						Петров
3455	22					Петров
3457	27					Кашурс
3456	27					Закорс
3461	28					Закорс
3460	28					Закорс
3459	11					Закорс
124	24					Закорс

Условия поиска

По дате проведения анализа: 1 марта 2000 г

По дате поступления: 1 марта 2000 г

По дате забора пробы: 1 марта 2000 г

По названию объекта: _____

По Ф.И.О. лаборанта: _____

По названию учреждения: _____

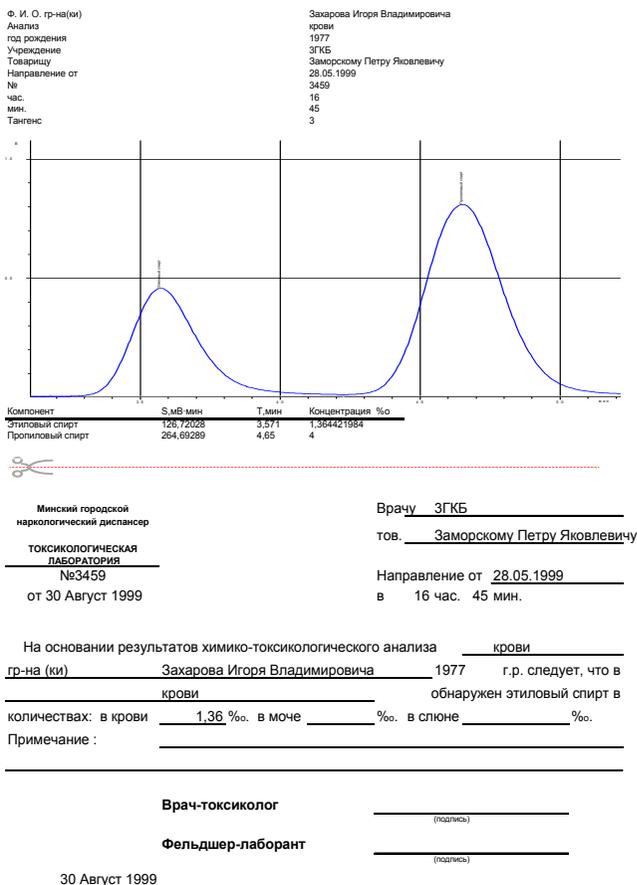
Ok Закрыть





6.3.7. Вид формы, выдаваемой программным обеспечением "Журнал учета проведенных анализов" в Microsoft Excel

Рис. 94. Пример итогового отчета, применяемого в токсикологической лаборатории минского городского наркодиспансера.



6.4. Шаблоны выполнения методики поверки хроматографа с системой UniChrom по СТБ 1287

Используем размещенный на сайте www.unichrom.com пакет шаблонов, например, на русском языке, [Chromatograph Validation Templates - rus](#). Скопируем его с сайта и разместим на своем компьютере по адресу `C:\Unichrom\Chromatograph Validation Templates - rus`. В пакете находятся два файла [Chromatograph Validation Template - rus. \\$\\$\\$](#) и [Chromatograph Validation Template - rus.xlt](#)

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

6.4.1. Опробование

На этапе опробования записывается хроматограмма с контрольной аттестованной смесью, определяются параметры пика контрольного вещества:

- записывается имя пика компонента контрольного вещества;
- определяется полуширина пика.

Последний параметр используется при расчетах статистических характеристик шума нулевого сигнала хроматографа.

В 1-м слое хранится образцовая хроматограмма контрольной аттестованной смеси.

Во 2-м слое записывается хроматограмма опробования. Она используется в качестве библиотеки. Позже по ней будет выполняться идентификация всех последующих хроматограмм.

В 3-м слое записывается шум нулевого сигнала хроматографа.

Длина хроматограммы должна быть не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Величина шума нулевого сигнала хроматографа определяется как максимальное СКО случайных изменений сигнала хроматографа на временном интервале, равным полуширине пика контрольного вещества.

Временной интервал выбирается произвольным образом на хроматограмме длиной не менее 30 полуширин пика контрольного вещества.

Все хроматограммы записываются в одном файле:

[Chromatograph Validation Template - rus. \\$\\$\\$](#)

Отчет о поверке выполняется с помощью шаблона:

[Chromatograph Validation Template - rus.xlt](#)

Отчет раздела ОПРОБОВАНИЕ находится на странице [Опробование](#) книги [Chromatograph Validation Template - rus.xlt](#).

6.4.2. Сходимость. Определение СКО времени выхода пика, высоты пика, площади пика и предела детектирования.

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

Применение шаблона [Поверка хроматографа – шаблон.xlt](#) в автоматическом режиме позволит выбрать 10 лучших результатов и рассчитать для них СКО времени выхода пика контрольного вещества, высоты пика, площади пика и определить предел детектирования. Лучшими считаются измерения, в которых сумма квадратов относительных отклонений от среднего времени выхода, высоты и площади контрольного пика минимальна. Сумма квадратов относительных отклонений вычисляется по формуле:

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

где:

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

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

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

Отчет раздела СХОДИМОСТЬ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ СКО находится на странице [Сходимость и предел детектирования](#) книги [Поверка хроматографа – шаблон.xlt](#).

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

Через 48 часов процедуру определения СКО проводят еще раз. По согласованию с органами метрологии допускается временной интервал сократить с 48 часов до 8 часов. На этом этапе вновь 12 раз выполняется запись хроматограмм аттестованной смеси с контрольным веществом.

Применение шаблона [Поверка хроматографа – шаблон.xlt](#) в автоматическом режиме позволит выбрать 10 лучших результатов и рассчитать для них СКО времени выхода пика контрольного вещества, высоты пика, площади пика. Выбор лучших результатов осуществляется тем же методом, что и в определении сходимости. Измеренные хроматограммы этого записываются в слоях с 16-го по 27-й. Отчет раздела ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ находится на странице [Воспроизводимость](#) книги [Поверка хроматографа – шаблон.xlt](#).



6.4.4. Свидетельство.

Итоговый отчет о поверке в автоматическом режиме выполняется с помощью шаблона [Chromatograph Validation Template - rus.xlt](#). Заполненный бланк СВИДЕТЕЛЬСТВО находится на странице [Свидетельство](#) книги [Chromatograph Validation Template - rus.xlt](#).

Ниже для наглядности в качестве примера приведены экранные копии страниц получаемого с помощью шаблона [Chromatograph Validation Template - rus.xlt](#) итогового отчета выполненной поверки.





Рис. 97. Страница отчета по определению СКО выходного сигнала хроматографа через 48 часов.

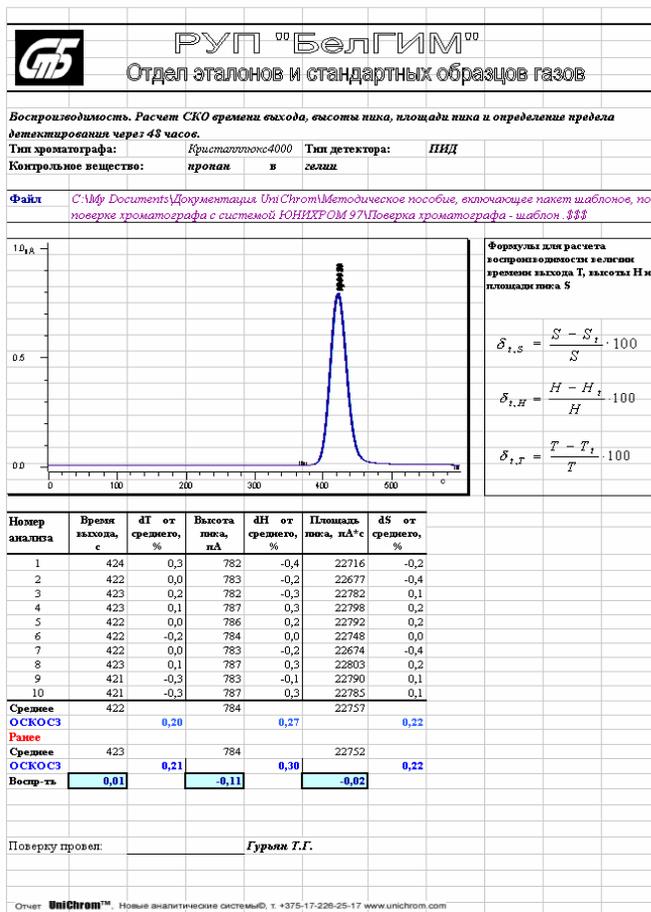




Рис. 98. Страница отчета с итоговым протоколом поверки хроматографа

Протокол поверки хроматографа									
(наименование организации)									
Тип хроматографа:	Кристалллюкс4900			Зав. номер:	1686				
Тип детектора:	ПИД								
Порядковый номер по системе нумерации предприятия-изготовителя:									
Наименование и номера блоков:									
Условия поверки:									
температура окружающего воздуха, °С:				атмосферное давление, кПа:					
относительная влажность, %:				напряжение питания питающей сети,					
1. Определение предела детектирования.									
Наименование параметра			Значение параметра,			r/c			
Значение предела детектирования			По НД			действительное			
						1,59E-12			
2. Определение ОСКОСЗ выходного сигнала.									
Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %			
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS	
423	781	22715							
424	782	22708							
422	783	22667							
423	781	22706							
423	782	22791	423	784	22752	0,2	0,3	0,2	
421	783	22799							
423	787	22799							
422	786	22796							
421	787	22791							
422	784	22751							
3. Определение допускаемого предела значения изменения выходного сигнала через 48 часов.									
Значение выходного сигнала			Среднее арифметическое значение выходного сигнала			ОСКОСЗ выходного сигнала, %			
t_i	h_i	S_i	t	h	S	δt	δh	δS	
424	782	22716							
422	783	22677							
423	782	22782							
423	787	22798							
422	786	22792	422	784	22757	0,2	0,3	0,2	
422	784	22748							
422	783	22674							
423	787	22803							
421	783	22790							
421	787	22785							
Отклонение выходного сигнала, %			0,0	0,1	0,0				
5. Заключение:									
Поверку провел: Гурьян Т.Г.									



6.5. Детальный углеводородный анализ (DHA), определение инспектируемых параметров автомобильных бензинов и бензиновых фракций по МВИ 998-99 и СТБ 1276

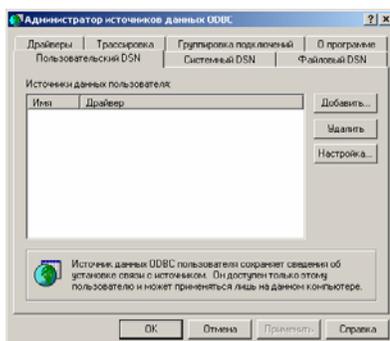
6.5.1. Установка пакета UniChrom DHA

Программный пакет **UniChrom DHA** включает в себя следующие компоненты:

- базу данных **PetrolDB.mdb** в формате MS Access, содержащую список 329 соединений и их физико-химических свойств и другую дополнительную информацию,
- динамически линкуемый модуль (библиотеку) **DHA.DLL**, содержащий процедуры с алгоритмами определения DHA и расчёта основных параметров²⁰ автомобильных бензинов.

Программный пакет **UniChrom DHA** можно устанавливать и настраивать вручную или автоматически. В последнем случае пользователю необходимо запустить на выполнение программу установки **Setup.exe** и отвечать на вопросы задаваемые данной программой. В случае отсутствия программы установки или при установке и на строике **UniChrom DHA** вручную необходимо выполнить следующие действия:

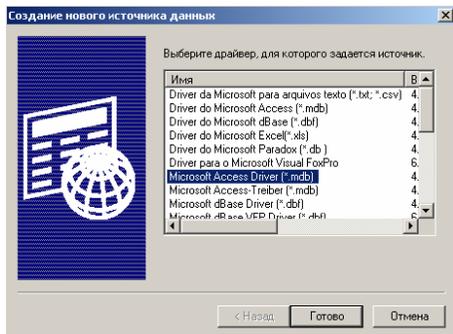
- 1) скопировать файлы **PetrolDB.mdb** и **DHA.DLL** в любимую папку;
- 2) открыть папку **Панель управления (Control Panel)**, найти и исполнить компонент **Источники данных (ODBC)**:



²⁰ Фракционный состав, детонационная стойкость, выраженная октановыми числами, давление насыщенных паров, плотность.



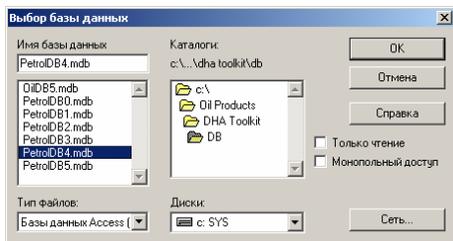
- 3) выбрать страничку **Пользовательский DSN** и кликнуть на кнопку **Добавить...**;
- 4) в мастере **Создание нового источника данных** выбрать строчку **Microsoft Access Driver (*.mdb)** и щёлкнуть кнопкой **Готово**:



- 5) в окне **Установка драйвера ODBC для Microsoft Access** в поле **Имя источника данных** вписать псевдоним **Petrol Lib**:



- 6) кликнуть кнопку **Выбрать...** и в окне **Выбор базы данных** выбрать путь и указать имя файла базы данных (например, **PetrolDB4.mdb**²¹):



²¹ Файл базы данных **PetrolDB.mdb** можно переименовывать в соответствии со своими потребностями и желаниями.



После выполнения указанных выше действий щёлкните кнопку **Ok** последовательно во всех открытых вами диалоговых окошках, чтобы новые настройки возымели силу, и можете приступать непосредственно к выполнению ДНА.

Внимание! Перед установкой **UniChrom-DNA** следующие компоненты должны быть установлены:

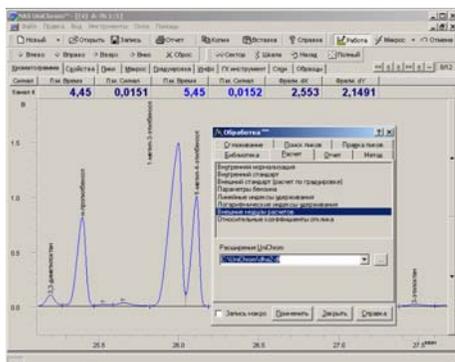
- **DCOM 95** или **DCOM 98** для Windows 95 или Windows 95. Windows ME, NT, 2000, XP не требуют установки этих компонентов;
- **Microsoft Data Access Components 2.0** или старше.

Вышеназванные компоненты могут быть найдены на сайте корпорации Microsoft либо на компакт-диске UniChrom в папке Install\Microsoft.

6.5.2. Определение углеводородного состава и расчёт инспектируемых параметров автомобильных бензинов

Анализ автомобильных бензинов в системе **UniChrom** выполняют следующим образом:

- 1) получают хроматограмму²² бензина;
- 2) выполняют поиск пиков;
- 3) выполняют корректировку пиков (при необходимости);
- 4) идентифицируют пики;
- 5) выбирают элемент обработки **Внешние модули расчётов** на страничке **Расчёт** в диалоговом окне **Обработка**:



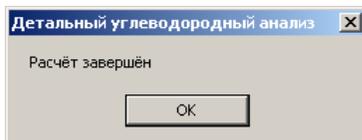
- 6) в поле **Расширения UniChrom** указывают полный путь к файлу **DNA.DLL**, например: C:\UniChrom\dha2.dll;

²² Действия, которые необходимо выполнить для получения хроматограммы бензина, аналогичны действиям, выполняемым при измерениях любых других объектов, то есть эти действия стандартные в системе UniChrom и определены в предыдущих разделах данного документа. Это же справедливо и для других операций обработки, таких как поиск пиков, коррекция пиков и их идентификация.



7) щёлкают кнопкой **Применить**.

В случае, если порядок пиков на хроматограмме соответствует порядку пиков в таблице базы данных, «выскочит» короткое сообщение о том, что расчёт завершён:



После закрытия этого сообщения кнопкой **Ok** или **X** автоматически открывается Excel, в нём создаётся новая книга (Book) и на первом листе этой книги создаётся длинный отчёт, который включает в себя короткую служебную информацию:

№	Название	r'	l _{плн}	l _{лог}	об%	мас%	вол%	п/п
1	Общее число пиков: 434							
2	Количество референс пиков: 200							
3	Количество идентифицированных пиков: 26							
4	неизвестные: 200							
5	парафины: 16							
6	изопарафины: 60							
7	ароматика: 69							
8	нафты: 43							
9	олефины: 45							
10	воски: 2							
11	СКО индекса удельного: 0,95							
12	Качество идентификации: 0,38							
13	Для вычисления мертвого времени использован: С2 - "этан"							
14	Мертвое время колонки с текущим сдвижением: мин: 4,473							
15	Качество расчёта фракционного состава: 0,94							
16	Количество октавных фракций: 31							
17	Коэффициент чувствительности - массовый							
18	RF - library							

Полный список всех пиков, расставленных на хроматограмме, включая неизвестные:



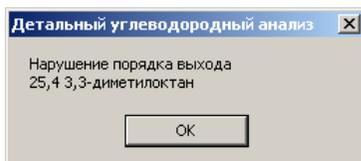


	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
543	C17					0,000	0,066	0,024	0,472	0,002
544	C18					0,002	0,068	0,024	0,496	0,002
545	C19					0,014	0,015	0,005	0,112	0,000
546	Тотал:					0,069	1,016	0,547	7,406	0,044
547	Количество вещества, моль/L B39									
548	Содержание кислорода, мас.% 1,000E-003									
549	Содержание водорода, мас.% 1,3779E-001									
550	Плотность, г/л 729,20									
551	Октановое число по моторному методу 77,12									
552	Октановое число по исследовательскому методу 80,15									
553	Давление насыщенных паров (по французи), 66,227 кПа (689,25 мм рт ст)									
554	Давление насыщенных паров (по индивидуальным компонентам), 66,696 кПа (680,27 мм рт ст)									
555	Фракционный состав									
556	по ГОСТ									
557			% от Т отгона							
558	n		н.к.		41,61					
559	10,00				67,86					
560	50,00				89,59					
561	90,00				165,62					
562					194,50					
563			% от Т		Рабочее	T колонны	T отгона			
564	0,00	307,58	-37,20	38,716						
565	1,00	323,51	-30,06	41,611						
566	2,00	365,39	-16,44	46,963						
567	3,00	387,24	-3,62	51,909						
568	4,00	402,48	2,26	54,201						
569										
570										

Полный список пиков содержит следующую информацию о каждом компоненте:

- приведенное время выхода (t');
- линейные и логарифмические индексы удерживания (I лин, I лог);
- объёмное, массовое, мольное содержание, титр и молярность.

В случае, если порядок пиков на хроматограмме не соответствует порядку пиков в таблице базы данных, то есть, если пользователь допустил грубую ошибку в идентификации (дважды употребил одно и тоже название, перепутал местами пики), то система выдаст сообщение с указанием пика, в названии которого допущена ошибка и время его выхода:



В этом случае необходимо внести исправления в идентификации и повторить расчёт сначала.

При выполнении расчётов могут появляться и другие сообщения, предоставляющие пользователю сделать выбор того или иного действия. Обычно такая ситуация складывается при расчёте параметров проб качественно отличных от бензина. То есть в случае, когда один и более пиков разделяющих бензин на октановые фракции попросту отсутствуют на хроматограмме, но система может определить их предполагаемое место автоматически.

Если указанная выше ситуация происходит с бензином, то это один из признаков того, что условия хроматографирования образца (входное давление, температура термоста и др.) сильно отличаются от условий, в которых создавалась таблица пиков базы данных и в результате алгоритм расчёта дал сбой.

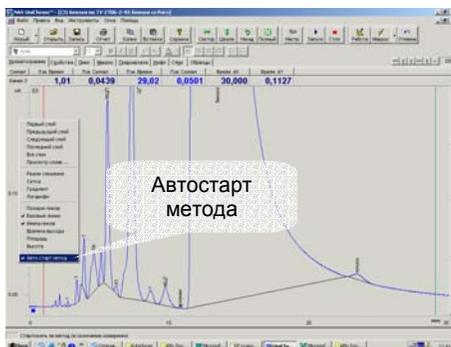


Внимание! Измерительное оборудование, вспомогательные устройства и условия проведения анализа должны соответствовать следующим нормативным документам:

- МВИ.МН 998-99 Методика газохроматографического определения параметров автомобильных бензинов,
- СТБ 1276-2001 Топлива для двигателей внутреннего сгорания. Бензин неэтилированный. Методика определения параметров.

6.6. Комментарии к расчёту массовой доли бензола и содержания примесей по ТУ 2706-2-95

- 1) Открыть файл **Бензол по ТУ 2706-2-95 .\$\$\$**;
- 2) Выбрать слой для измерения от 2-го и далее (в первом слое содержится образцовая хроматограмма, измеренная ранее, и её не надо портить. Первый слой можно защитить от изменений. Значение 1 параметра Protect в закладке Свойства);
- 3) Провести измерение. В соответствии с инструкциями в руководстве пользователя;
- 4) До измерения или в процессе измерения убедиться, что установлен флажок **Автостарт метода**. По умолчанию этот флажок установлен. В противном случае щёлкнуть правой кнопкой мыши на вертикальной или горизонтальной оси в окне хроматограммы и в появившемся меню выбрать пункт **Автостарт метода**:



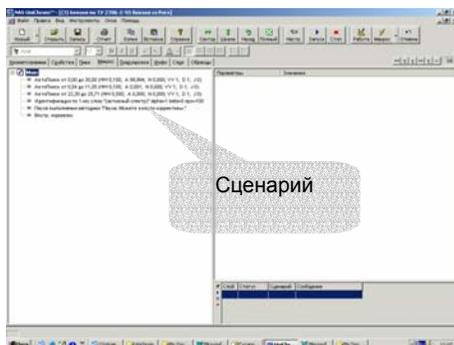
- 5) По окончании измерения автоматически выполнится сценарий обработки хроматограммы **Main**, который был создан ранее по результатам измерений образцовой хроматограммы. Сценарий обработки включает в себя следующие операции: автоматический поиск пиков на хроматограмме (разметка хроматограммы), идентификация²³ пиков по библиотечной хроматограмме (образцовой

²³ Идентификация – сопоставление измеренной хроматограммы и библиотечной.

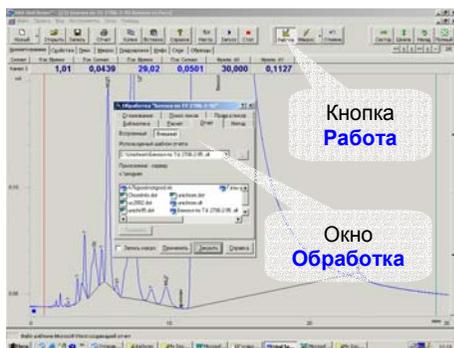


хроматограмме в первом слое), расчёт концентрации методом внутренней нормализации, выполнение отчёта по шаблону **Бензол по ТУ 2706-2-95 .xlt**. Данные из UniChrom передаются в Excel;

- 6) Сценарий может не содержать пункт выполнения отчёта. В этом случае нажать кнопку **Работа**. В окне **Обработка** перейти на страницу **Отчёт**. Нажать кнопку **[...]** для выбора шаблона отчёта. Для данного метода создан шаблон **Бензол по ТУ 2706-2-95 .xlt**.



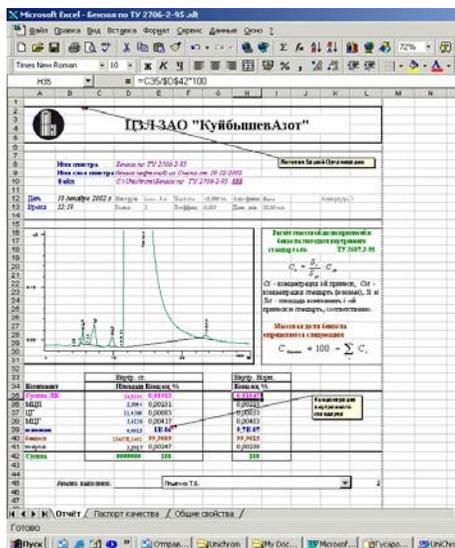
- 7) Выбрать шаблон расчёта. Нажать кнопку **Применить**:



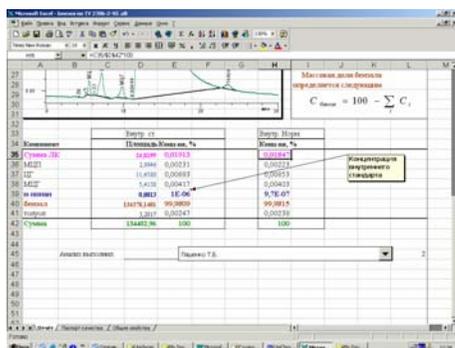
- 8) Автоматически поднимется Excel. В нём создастся новый документ по выбранному шаблону:

Присвоение измеренным пикам наименований, определённых в библиотеке. Сопоставление осуществляется по времени выхода компонентов.





- 9) Шаблон включает в себя помимо визуального оформления документа расчёт основных показателей: содержание микропримесей и концентрация основного компонента. Из UniChrom в Excel в данном случае передаются только площади пиков. Расчёт показателей выполнен средствами Excel с применением стандартных в Excel способов прямо в ячейках:



- 10) Для получения окончательного результата ввести в указанную ячейку концентрацию внутреннего стандарта (н-нона). Пересчёт концентраций выполняется в реальном времени, прямо на глазах.

Так как переключение диапазонов измерений в измерительном модуле АЦП происходит автоматически, то на хроматограмме одновременно видны основной компонент без «зашкала» и все микропримеси. Это позволяет выполнить



расчёт методом внутренней нормализации, что гораздо удобнее. Рядом (справа) приводится колонка концентраций, рассчитанных методом внутренней нормализации (для сравнения). Концентрации компонентов, также как и площади компонентов, передаются в Excel из UniChrom.

В списке компонентов приведены известные вещества: МЦП (метилциклопентан), МЦГ (метилциклогексан), ЦГ (циклогексан), толуол, н-нонан (внутренний стандарт), бензол (основной компонент). Помимо этих компонентов в образце присутствуют пики неизвестных (не идентифицированных) веществ, которые можно отнести к легко летучим микропримесям. На хроматограмме неизвестным компонентам в процессе идентификации присваивается символическое имя “?”.

В UniChrom известные и неизвестные микропримеси рассматриваются как одна группа пиков с общим названием **Сумма ЛК** (сумма легко летучих) и индексом группы 0:

Н-нонан как внутренний стандарт – отдельная группа с индексом 1

Колонка Групповой индекс

Бензол как основной компонент – отдельная группа с индексом 2

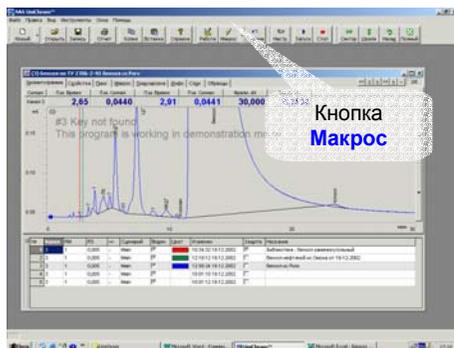
В серых рядах содержится суммарная информация по группам (суммарная площадь, высота и концентрации). Каждая группа рассматривается как фиктивный пик.

В Excel-шаблоне, чтобы не суммировать площади всех примесей отдельно, а часто бывает даже неизвестно их количество в анализируемой пробе, получают уже готовую информацию – суммарную площадь микропримесей. Для этого используют площадь фиктивного пика с именем **Сумма ЛК**.

Изменить название групп можно в свойствах:



Названия групп изменятся после выполнения какого-либо расчёта (например, выполнить внутреннюю нормализацию), либо повторить сценарий **Main**, нажав кнопку **Макрос**:



Необходимо также заметить, что весь описанный расчёт можно выполнить вручную, не прибегая к сценариям. Кроме того, обработку хроматограммы можно осуществлять в момент измерения.

6.7. Анализ сжиженного газа по ГОСТ 10679-76

Шаблон предназначен для обработки измеренных хроматографических данных по ГОСТ 10679-76 “Газы углеводородные сжиженные. Метод определения углеводородного состава” (Liquefied hydrocarbon gases. Method for determination of the hydrocarbon compounds) и расчета инспектируемых параметров по ГОСТ 28656 “Газы углеводородные сжиженные. Расчетный метод определения плотности и давления насыщенных паров (Liquefied hydrocarbon gases. Calculation method for density and saturated vapours pressure) и формирования итогового отчета установленного образца.

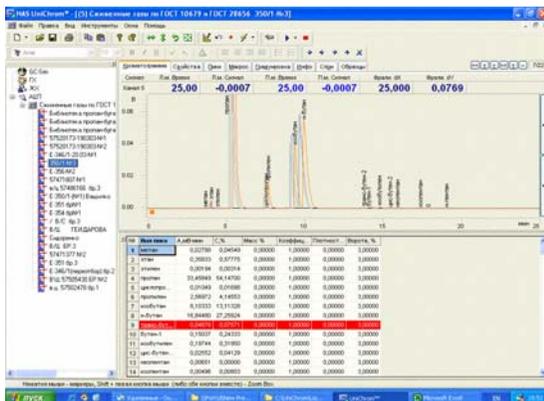
Именно данный шаблон настроен на обработку измеренных данных по двум емкостям.

Выполнение измерений проводится с помощью специализированного пакета, состоящего из хроматограмм, объединенных в один файл **Liquified gasis GOST 10679 and GOST 28656 - rus. \$\$\$**. Непосредственно итоговый отчет формируется шаблоном в формате MS Excel **Liquified gasis GOST 10679 and GOST 28656 with statistics - rus.xlt**.

Как правило, в 1-м слое хранится образцовая хроматограмма сжиженного газа, измеренная при типовых условиях. В случае сильно различающихся по компонентному составу исследуемых образцов сжиженного газа, библиотечных слоев может быть записано несколько. Для удобства последующей идентификации различных исследуемых образцов.



Рис. 99. Характерный вид окна UniChrom с открытым файлом **Liquified gas GOST 28656 - rus. \$\$\$**. Окно спектра и слева приведен перечень измеренных хроматограмм.



Шаблон отчета содержит следующие страницы: «Компоненты», «1 из 1», «2 из 1», «Среднее 1», «Результат 1» и «Паспорт 1».

Рис. 100. На странице «Компоненты» открытого шаблона **Liquified gas GOST 28656 - rus.xlt** находятся табличные данные по индивидуальным углеводородам в соответствии с ГОСТ 10679 и ГОСТ 28656.

Идентификация	Содержание, %	Объем, %	Плотность	Масса, %
1. Пропан	0.00789	0.00494	0.00000	1.00000
2. Бутан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
3. Пентан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
4. Гексан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
5. Гептан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
6. Октан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
7. Нонан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
8. Декан	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
9. Undecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
10. Dodecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
11. Tridecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
12. Tetradecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
13. Pentadecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
14. Hexadecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
15. Heptadecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
16. Octadecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
17. Nonadecane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
18. Eicosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
19. Heneicosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
20. Docosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
21. Tricosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
22. Tetracosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
23. Pentacosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
24. Hexacosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
25. Heptacosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
26. Octacosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
27. Nonacosane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
28.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
29. Hentriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
30. Dotriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
31. Tetratriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
32. Pentatriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
33. Hexatriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
34. Heptatriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
35. Octatriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
36. Nonatriacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
37.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
38.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
39.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
40.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
41.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
42.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
43.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
44.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
45.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
46.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
47.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
48.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
49.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
50.triacontane	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000





Рис. 101. На странице «1 из 1» открытого шаблона **Liquidized gas GOST 28656 - rus.xlt** находятся обработанные данные первого измерения первой емкости.

The screenshot shows an Excel spreadsheet with a grid of data. The columns are labeled with various parameters and units. The data is organized into several sections, with some cells highlighted in green and yellow. The spreadsheet title is 'Liquidized gas GOST 10419 and GOST 28656 - rus.xlt'. The data includes values for pressure, density, and other physical properties.

Данные заносятся на выбранную, активную в данный момент, страницу шаблона с активного слоя спектра UniChrom с помощью следующей процедуры. В меню **Сервис/Макрос/Макросы** выбрать макрос **GetAcqData** и выполнить его. Для автоматизации этой процедуры можно назначить специальную кнопку на панели инструментов Excel. Переходя со слоя на слой (от одной хроматограммы к другой) в спектре и со страницы «1 из 1» на странице «2 из 1» в шаблоне нажмем только одной кнопки заносятся соответствующие данные. На страницах «**Среднее 1**», «**Результат 1**» автоматически проводятся вычисления и на странице «**Паспорт 1**» формируется итоговый отчет.

Шаблоны, настроенные на обработку измеренных данных по двум и более емкостям (вагон-цистернам), можно получить клонированием приведенного шаблона путем добавления в него группы страниц «1 из N», «2 из N», «Среднее N», «Результат N» и «Паспорт N».

Если имеется только одно измерение, то тоже можно воспользоваться этим шаблоном. Надо просто, формально, вычитать измерения одной и той же хроматограммы в страницы «1 из 1» и «2 из 1».

Давление насыщенных паров. Табличные данные берутся со страницы «**Компоненты**» (выделено серым цветом – фугитивность паров углеводородов при +45 С).

Рассматриваем измеренные данные 1-го измерения «1 из 1» (выделены зеленым цветом). Выбираем значения со знаком «+» и «-». В данном случае такие значения получаются между давлением от 1 до 1,5 МПа (выделено голубым цветом). Как правило, такое давление рассчитывается для марки СПБТ (40-60%). Для марки БТ (99,9%) - от 0,1 до 0,5 МПа, (65%) - от 0,5 до 1,0 МПа. Итоговый расчет приведен на странице «**Результат 1**» (выделено желтым цветом).

Плотность. Табличные данные берутся со страницы «**Компоненты**» – плотности углеводородов при различных температурах, согласно ГОСТ 28656 методом интерполяции. Выбираем значения плотности для заданной температуры. В данном случае при + 15 С. D (-15С) = -532,42. В паспорт вручную вносим значение температуры и полученную плотность из «**Среднее 1**».





Рис. 102. На странице «2 из 1» открытого шаблона **Liquified gasis GOST 28656 - rus.xlt** находятся обработанные данные второго измерения первой емкости.

Рис. 103. На странице «Среднее» открытого шаблона **Liquified gasis GOST 28656 - rus.xlt** находятся обработанные усредненные данные первой емкости.





6.8. Использование основного компонента (растворителя) в качестве внутреннего стандарта при количественном хроматографическом определении примесей

Метод характеризуется отсутствием процедуры ввода вещества внутреннего стандарта (ВС) в пробу.

6.8.1. Введение

В хроматографии довольно часто приходится иметь дело с анализом смесей, представляющих собой одно основное вещество (растворитель) и сопутствующие примеси. Задача хроматографического анализа заключается в установлении концентрации основного вещества и концентраций регламентируемых примесей. Определение концентраций примесей проводят, по возможности, методом добавки вещества ВС. Однако процедура введения ВС сопряжена с определенными трудностями. Во-первых, необходимо быть заранее уверенным, что вещество, вводимое в качестве ВС, не присутствует изначально в анализируемой смеси. Во-вторых, регламентирующие документы предусматривают, чтобы количество вводимой добавки было по порядку величины сравнимо с искомыми примесями. Но во многих случаях концентрации определяемых примесей составляют тысячные и менее доли процента. Например, ГОСТ 5363 на водку и ГОСТ 5964 на спирт этиловый регламентирует содержание альдегидов, высших спиртов и эфиров на уровне нескольких миллиграмм на литр безводного спирта, а это составляет порядка десятитысячных процента. Проблематичность выполнения этого требования вынуждает отказаться от метода ВС и применять метод внешней абсолютной градуировки, который заложен в ГОСТ 51698.

6.8.2. Теория

Определение концентраций примесей и основного компонента (растворителя) выполняется в два этапа.

На первом этапе, априори, концентрация (в процентах) X_i (%) растворителя, выбираемого в качестве внутреннего стандарта (ВС) принимается равной 100 %.

Концентрация $X_i^{(o)}$ (%) i -го компонента в пробе описывается следующим выражением::



$$X_i^{(o)} = K_i \cdot S_i \cdot 100 / S_{sol} \quad , \quad (1)$$

где S_i и S_{sol} - площади пиков i -го компонента и растворителя, соответственно;

K_i - коэффициент относительного отклика детектора для i -го компонента.

Численные значения относительных коэффициентов отклика детектора K_i получаются из хроматографических данных аттестованных смесей с известными концентрациями ВС и исследуемых примесей:

$$K_i = \frac{S_{st}^{cert} \cdot X_i^{cert}}{S_i^{cert} \cdot X_{st}^{cert}} \quad (2)$$

где S_i^{cert} и S_{st}^{cert} - площади пиков i -го компонента и ВС, соответственно;

X_i^{cert} и X_{st}^{cert} - концентрации i -го компонента и ВС, соответственно.

Уточненное значение концентрации ВС определяется следующим уравнением:

$$X_{sol} = 100 - \sum_{i \neq j} X_i^{(o)} \quad , \quad (3)$$

где индекс суммирования j соответствует ВС. Тогда концентрации примесей вычисляются по (1) с уточненным значением X_{sol} из (3). Результирующее выражение может быть записано в следующем виде:

$$X_i = K_i \cdot 100 \cdot \left(1 - \sum_{(i \neq j)} K_j \cdot \frac{S_j}{S_{sol}}\right) \cdot S_i / S_{sol} \quad (4)$$

Относительная погрешность метода определяется следующим уравнением.

$$\frac{X_i^{(real)} - X_i^{(calc)}}{X_i^{(real)}} = - \frac{(1 - X_{sol})^2}{X_{sol}^2} \quad (5)$$

Анализ уравнения (5) показывает, что при величине концентрации основного компонента в 99% вносимая относительная погрешность данного метода составляет -0.01%. Даже при концентрации основного компонента в 94% вносимая относительная погрешность данного метода составляет всего -0.41%. Необходимо отметить, что при измерении на ПИД паспортные данные на СКО для серийных хроматографов не менее 1%.



6.8.3. Примеры шаблонов выполнения измерений по ISO 10362, ISO 10316 и ГОСТ 51698

ISO 10362 Сигареты – Определение воды в конденсате дыма – Метод газовой хроматографии. Cigarettes - Determination of water in smoke condensates - Gas-chromatographic method.

ISO 10315 Сигареты – Определение никотина в конденсате дыма – Метод газовой хроматографии. Cigarettes - Determination of nicotine in smoke condensates - Gas-chromatographic method.

ГОСТ 51698 Водка и спирт этиловый. Газохроматографический метод определения токсичных микропримесей.

6.8.4. Шаблон методики определения воды и никотина в конденсате дыма. ISO 10362 и ISO 10315

Согласно ISO 10362 и ISO 10315 метод ВС используется для определения воды и никотина в экстрагирующем растворе 2-пропанола. В качестве ВС выбраны этанол и анетол, соответственно по ISO 10362 и по ISO 10315.

Внимание. Основной компонент экстрагирующий 2-пропанол может быть выбран в качестве ВС при хроматографическом количественном определении воды и никотина.

Определение содержания воды (никотина) в экстрагирующем 2-пропанолу описывается следующим уравнением:

$$C_{w(n)} = \frac{K_{w(n)/st} \cdot S_{w(n)}}{S_{st}} \cdot C_{st} \quad (6)$$

где $K_{w(n)} = k_{w(n)} / k_{st}$ – относительные коэффициенты чувствительности детектора.

Коэффициенты чувствительности детектора для воды (никотина) $k_{w(n)}$ и для вещества ВС k_{st} определяются следующими уравнениями:

$$k_{w(n)} = \frac{C_{w(n)2} - C_{w(n)1}}{S_{w(n)2} - S_{w(n)1}} \quad (7)$$

$$k_{st} = \frac{C_{st2} - C_{st1}}{S_{st2} - S_{st1}} \quad (8)$$

где $S_{w(n)}$ и S_{st} – отклики детектора на воду (никотин) и на ВС, соответственно;

$C_{w(n)}$ и C_{st} – добавленные концентрации воды (никотина) и ВС.

Важно обратить внимание на следующий факт. В исходном экстрагирующем 2-пропанолу всегда присутствует некоторое, заранее неизвестное точно количество воды. Поэтому для нахождения откликов детектора необходимо провести градуировочные измерения не менее чем с двумя различными по



величине добавками исследуемых веществ.

Вычисление всех расчетных коэффициентов, величин сходимости, параметров валидации и генерирование итогового отчета установленного образца выполняется шаблонами [Water in smoke condensates ISO 10362 Template – eng.xlt](#) и [Nicotine in smoke condensates ISO 10315 Template – eng.xlt](#)

В прилагаемых шаблонах при расчете концентраций никотина и воды наряду с методом по ISO, требующим введения этанола и анетола в качестве ВС, параллельно выполняется расчет с использованием 2-пропанола в качестве ВС.

Практическая апробация предложенного методического подхода была проведена в РУП “БелГИМ” в лаборатории по испытанию табачной продукции. Анализ результатов более 50 проведенных испытаний сигаретной продукции показал, что величины измеренных концентраций никотина и воды, рассчитанных по методу ISO и по методу с использованием основного компонента, в данном случае исходного экстрагирующего растворителя 2-пропанола, различаются не более чем на 2%. Фактически, начиная с лета 2003 года все анализы сигарет в Республике Беларусь, выполняемые в РУП “БелГИМ”, проводят по новой методике.

Ниже приведены экранные копии генерируемых отчетов по шаблонам [Water in smoke condensates ISO 10362 Template – eng.xlt](#) и [Nicotine in smoke condensates ISO 10315 Template – eng.xlt](#)

- Рис. 106. Вычисление всех расчетных коэффициентов, величин сходимости, параметров валидации и генерирование итогового отчета установленного образца выполняется шаблоном [Water in smoke condensates ISO 10362 Template – eng.xlt](#).

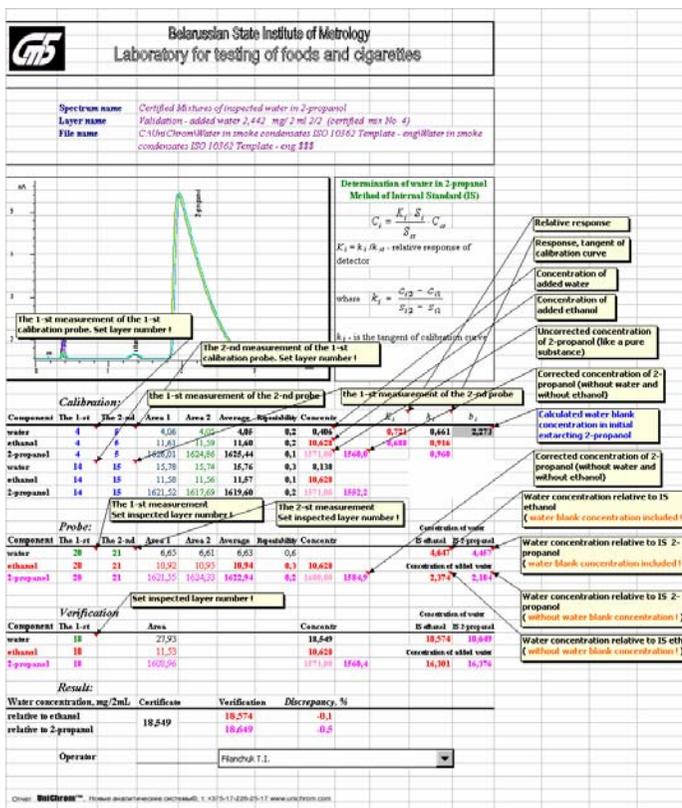


Рис. 107. Вычисление всех расчетных коэффициентов, величин сходимости, параметров валидации и генерирование итогового отчета установленного образца выполняется шаблоном **Nicotine in smoke condensates ISO 10315 Template – eng.xlt**.

Belarussian State Institute of Metrology
Laboratory for testing of foods and cigarettes

Spectrum name: Nicotine - calibration and verification ISO 10315
Layer name: repeat_2-nd calibration mix №4 anetol 1.2284 mg/2ml nicotine 0.374 mg/ml
File name: C:\Uta\Chrom\Nicotina in smoke condensates ISO 10315 Template - eng\Nicotina in smoke condensates ISO 10315 Template - eng 288

Determination of nicotine in 2-propanol
Method of Internal Standard (IS)

$$C_x = \frac{K_1 \cdot S_x}{S_{IS}} \cdot C_{IS}$$

$K_1 = k_1 / k_{IS}$ - relative response of detector
 where $K_1 = \frac{C_{(2)} - C_{(1)}}{F_{(2)} - F_{(1)}}$
 $k_{1,2}$ - the tangents of calibration curves

Concentration of added nicotine

Concentration of added ethanol

Uncorrected concentration of 2-propanol (like a pure substance)

Relative response

Response, tangent of calibration curve

Corrected concentration of 2-propanol (without nicotine and without anetol)

Calibration:

Component	The 1-st	The 2-nd	Area 1	Area 2	Average	Repeatability	Conc. (ng/ml)	K_1	k_1
nicotine	2	3	316	307	311,5	0,2	0,936	1,184	0,008
anetol	2	3	306,36	309,16	307,72	0,9	1,229	6,681	0,002
2-propanol	2	3	19415,85	19560,98	19444,42	2,3	1030,000	1998,9	0,001
nicotine	10	11	134,14	134,58	134,36	0,3	0,936		
anetol	10	11	309,49	309,32	309,40	0,4	1,229		
2-propanol	10	11	20207,36	19622,42	19914,89	2,9	1030,000	1997,8	

Probe:

Component	The 1-st	The 2-nd	Area 1	Area 2	Average	Repeatability	Conc. (ng/ml)	Concentration of nicotine in anetol in percentage
nicotine	8	9	283,64	282,80	284,22	1,0	0,936	1,917
anetol	8	9	309,27	305,68	307,47	1,7	1,229	1,978
2-propanol	8	9	20331,25	19545,35	19938,30	4,9	1030,000	1996,9

Verification

Component	The 1-st	Area	Conc. (ng/ml)	IS anetol	IS 2-propanol
nicotine	11	134,58	0,936	0,912	0,909
anetol	11	309,32	1,229		
2-propanol	11	19622,42	1030,000	1998,8	

Results:

Nicotine concentration, ng/2ml, Certificate	Verification	Discrepancy, %
relative to anetol	0,912	2,6
relative to 2-propanol	0,909	-2,9

Operator:

Driver: **UniChrom™**, version: 4.6.0.00000, 11-2019, 11-2020-09-17, www.uni-chrom.com



6.8.5. Шаблон методики определения токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом по ГОСТ 51698

В соответствии с ГОСТ 51696 определение количественного содержания токсичных микропримесей в водке и спирте этиловом выполняется методом абсолютной градуировки.

Внимание. Основной компонент этиловый спирт может быть выбран в качестве ВС.

Ниже представлены экспериментальные исследования влияния вариаций параметров работы хроматографа, имитация его нестабильности, на точностные характеристики метода предлагаемого нового метода.

Исследования были проведены в лаборатории контроля минского ликеро-водочного завода РУП «Минск Кристалл». Аттестованные смеси с заданным содержанием токсичных микропримесей были приготовлены весовым методом из хроматографически чистых веществ.

Измерения проводились на хроматографе HP6890 с ПИД. Капиллярная колонка HP 19095N-126 внутренним диаметром 0.53 мм, длиной 60 м и толщиной пленки 1.0 мкм. В качестве газа носителя использовался азот. Сброс 1:12.

Component	Mix-1 mg/L	Mix-2 mg/L
Ethanol	750000	750000
1-propanol	16,318	32,635
Isobutanol	16,077	32,154
1-butanol	16,412	32,825
Isoamilol	16,415	32,830

Таблица 1. Концентрации токсичных микропримесей в аттестованных смесях.

Номер измерения	Номер аттестованной смеси	Количество вводимой пробы, мкл	Поток воздуха, мл/мин	Поток водорода, мл/мин
1	Mix-1	1,6	280	26
2	Mix-1	1,6	280	26
3	Mix-2	1,6	280	26
4	Mix-2	1,6	280	26
5	Mix-2	2,6	280	26
6	Mix-2	0,8	280	26
7	Mix-2	0,8	280	26
8	Mix-2	1,6	280	20
9	Mix-2	1,6	220	26
10	Mix-2	1,6	330	26

Таблица 2. Параметры выполненных 10 измерений. 1-ое и 2-ое измерения были выбраны для определения коэффициентов отклика детектора. Измерения с 3-го по 10-ое были выполнены с различными условиями.



Component name	Peak area, pA*min Number of measurement (see Table 1)									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ethanol	21095	21514	15547	14789	31077	8830	7580	13553	18307	13244
1-propanol	0,482	0,496	0,739	0,686	1,339	0,414	0,360	0,616	0,836	0,594
Isobutanol	0,561	0,557	0,842	0,800	1,588	0,506	0,420	0,710	0,962	0,694
1-butanol	0,523	0,526	0,794	0,766	1,513	0,514	0,413	0,691	0,913	0,681
Isoamilol	0,491	0,479	0,753	0,697	1,374	0,490	0,391	0,654	0,834	0,633

Таблица 3. Зависимость отклика, площади хроматографического пика исследуемого компонента, от условий анализа. Площадь пика этанола изменяется от 7580 pA*min до 18307 pA*min, более чем в 2 раза.

Mass fraction of inspected impurities. Ethanol (MC) was chosen as IS	Concentration, mg/L Number of measurement (see Table 2)										Average	RSD, %
	Certificate concentration	3	4	5	6	7	8	9	10			
1-propanol	32,635	33,82	33,00	30,65	33,35	33,78	32,31	32,50	31,89	32,66	3,3	
Isobutanol	32,154	33,24	33,21	31,36	35,18	34,01	32,13	32,23	32,15	32,94	3,7	
1-butanol	32,825	34,09	34,57	32,49	38,85	36,35	34,01	33,29	34,32	34,75	5,7	
Isoamilol	32,830	34,97	34,00	31,92	40,07	37,24	34,82	32,89	34,52	30,05	7,3	
Mass fraction of inspected impurities in accordance to GOST. Method of absolute calibration	Concentration, mg/L Number of measurement (see Table 2)										Average	RSD, %
	Certificate concentration	3	4	5	6	7	8	9	10			
1-propanol	32,635	24,66	22,90	44,68	13,81	12,01	20,54	27,91	19,81	23,289	43,5	
Isobutanol	32,154	24,24	23,03	45,71	14,57	12,09	20,43	27,68	19,97	23,465	43,9	
1-butanol	32,825	24,86	23,98	47,36	16,09	12,93	21,62	28,59	21,32	24,594	42,4	
Isoamilol	32,830	25,50	23,58	46,52	16,59	13,24	22,13	28,24	21,44	24,653	40,7	

Таблица 4. Полученные экспериментальные данные.



Рис. 108. Хроматограммы измерений No. 7 и No. 9 (см. таблицу 1), представленные в логарифмическом и линейном масштабе, для наглядности.

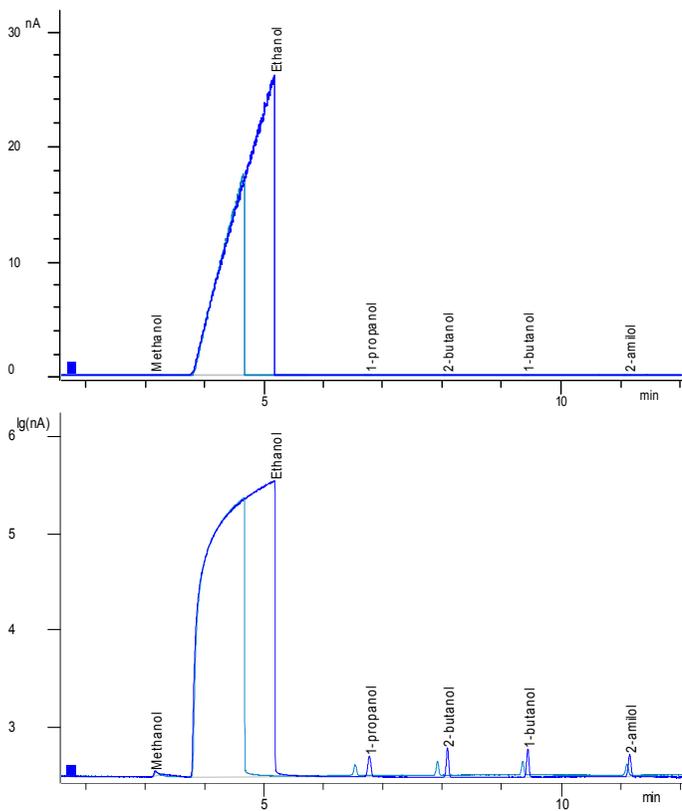




Рис. 109. Так выглядит градуировочный график для 1-пропанола. Корректно говорить о градуировке не представляется возможным.

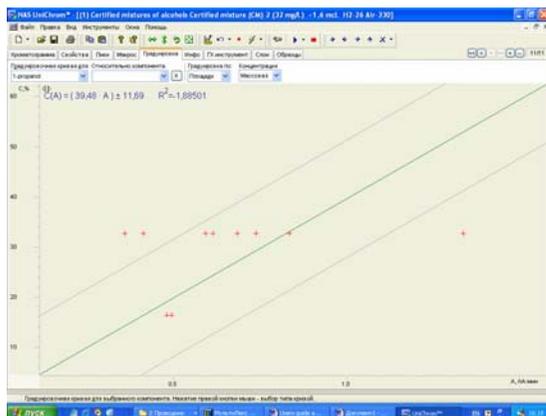


Рис. 110. А так выглядит градуировочный график для 1-пропанола при включении нормировки каждой точки градуировки на основной компонент этанол. Вполне приличный результат при вариации отклика детектора непосредственно на 1-пропанол более чем в 2 раза.

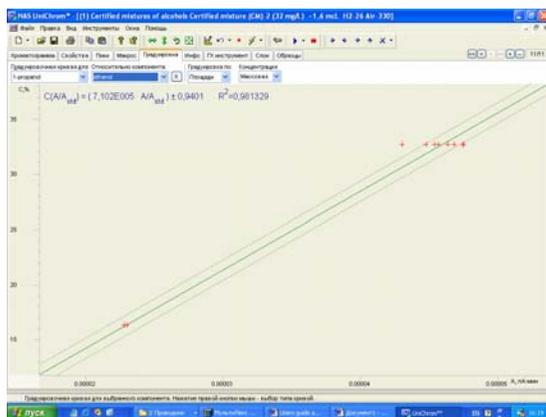




Рис. 111. Вычисление всех расчетных коэффициентов, величин сходимости, параметров валидации и генерирование итогового отчета **Toxic impurities in vodka - GOST 51698 - MC as IS Template – eng.xlt**

