ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

ХРОМАТЭК АНАЛИТИК

РУКОВОДСТВО ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ

214.00045-51И

СБОРКА 3.1

Редакция 05.08.2026

Оглавление

1 Введение 10
1.1 Характеристики и возможности программы 10
1.2 Требования к компьютеру 14
1.3 Процессорные модули хроматографов 15
1.4 Совместимость программ и прошивок 16
2 Подготовка к работе 17
2.1 Хроматэк Навигатор 17
2.2 Организация сбора и хранения данных 20
2.3 Выбор способа подключения хроматографа 21
2.3.1 Особенности подключения по Ethernet 22
2.3.2 Особенности подключения по USB 22
2.3.3 Особенности подключения по RS-232 23
2.4 Подключение по Ethernet 26
2.4.1 Настройка адреса компьютера 26
2.4.2 Настройка адреса хроматографа с ПМ3 33
2.4.3 Настройка адреса устройства с адаптером Moxa 35
2.5 Подключение по USB 37
2.6 Подключение ВЭЖХ 38
2.7 Создание соединения 39
2.7.1 Автоматический поиск приборов 39
2.7.2 Добавление соединения вручную 39
2.7.3 Настройка параметров соединения 40
2.7.4 Автоматизация работы 45
2.8 Настройки для независимых каналов 46
3 Управление приборами 48
3.1 Этапы работы хроматографов 50
3.2 Конфигурация проборов. Общие сведения 53
3.3 Конфигурация ГХ (ПМ3) 55
3.3.1 Параметры хроматографа 55
3.3.2 Добавление и удаление устройств 57
3.3.3 Канал старта 59
3.3.4 Краны 60
3.3.5 Порты ввода пробы 62
3.3.6 Колонки 64
3.3.7 Переключатели потоков (клапаны) 66
3.3.8 Термостат колонок 66

3.3.9 Метанаторы 68
3.3.10 Детекторы 68
3.3.11 Параметры поджига пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД 71
3.3.12 Параметры охлаждения 72
3.4 Конфигурация ГХ (ПМ2) 73
3.4.1 Параметры хроматографа 73
3.4.2 Термостаты 74
3.4.3 Газовые регуляторы 75
3.4.4 Колонки 75
3.4.5 Детекторы 76
3.4.6 Параметры поджига пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД 77
3.5 Конфигурация ВЭЖХ 78
3.5.1 Насосы 78
3.5.2 Термостат колонок 79
3.5.3 Детекторы 79
3.6 Задание режима. Общие сведения 82
3.7 Режим ГХ и МСД (ПМ3) 83
3.7.1 Неавтоматические устройства ввода 83
3.7.2 Краны 85
3.7.3 Порты ввода пробы 88
3.7.4 Колонки 95
3.7.5 Параметры переключателей потока (клапанов) 96
3.7.6 Термостат колонок 97
3.7.7 Метанаторы 98
3.7.8 Детекторы 99
3.7.9 Масс-спектрометрический детектор (МСД) 101
3.8 Режим ГХ (ПМ2) 106
3.8.1 Термостаты 106
3.8.2 Краны 108
3.8.3 Газы 109
3.9 Режим ВЭЖХ 111
3.9.1 Насосы 111
3.9.2 Термостат колонок 112
3.9.3 Детекторы 112
3.10 Выбор записываемых сигналов 114
3.11 События времени выполнения 115
3.12 Сохранение режима 117
3.13 Контроль состояния и проведение анализов 118

3.13.1 Просмотр сигнала детектора 120
3.13.2 Диагностика хроматографа 121
3.13.3 Конвертер диагностического лога 123
3.13.4 Проведение анализов 124
3.13.5 Изменение времени анализа в процессе его выполнения 124
3.13.6 Контроль питания 124
3.14 Автоматизация анализов 125
3.14.1 Интерфейс "Планировщика" 125
3.14.2 Серии анализов 126
3.14.3 Создание плана анализов 127
3.14.4 Выбор проекта, метода и сигналов детекторов 130
3.14.5 Заполнение информации о пробах 132
3.14.6 Режимы дозаторов 132
3.14.7 Автоматическое завершение работы 134
3.14.8 Дозатор ДАЖ-2М (3D) Парофазный 135
3.14.9 Дополнительные операции 138
3.15 Завершение работы 139
4 Обработка хроматограмм 141
4.1 Интерфейс программы 141
4.2 Работа с проектом 145
4.3 Настройка программы обработки 149
4.3.1 Общие настройки 150
4.3.2 Настройки NIST 151
4.3.3 Добавление и удаление расширений 153
4.3.4 Обработка по предыдущей (по методу) 153
4.3.5 Настройки проекта 156
4.3.6 Настройки МСД 158
4.3.7 Паспорт 162
4.3.8 График 163
4.3.9 График ДМД 164
4.3.10 Таблицы 164
4.3.11 Меню 170
4.3.12 Настройка панелей инструментов 172
4.3.13 Настройка быстрого переключения закладок 173
4.4 Работа с графиками 173
4.4.1 Надписи на графике 173
4.4.2 Масштабирование графиков 175
4.4.3 Использование маркера 177

4.4.4 Ручная корректировка разметки пика 178
4.4.5 Удаление пиков 181
4.4.6 Выделение групп пиков 182
4.4.7 Выбор активного канала 183
4.4.8 Разнесение каналов по вертикали 186
4.4.9 Сравнение каналов 187
4.4.10 Закладка "Каналы" 188
4.4.11 Сдвиг 190
4.4.12 Создание каналов по масс-спектрам 191
4.4.13 Удаление каналов 193
4.5 Создание метода 199
4.5.1 Задание режима хроматографа 200
4.5.2 Заполнение паспорта хроматограммы 200
4.5.3 Поиск пиков 202
4.5.4 Настройка количественного расчёта 210
4.5.5 Настройка таблицы компонентов 215
4.5.6 Градуировка 228
4.5.7 Сохранение метода 237
4.6 Качественный анализ по масс-спектрометрическим данным 238
4.6.1 Активация лицензии 239
4.6.2 Подключение библиотек масс-спектров 241
4.6.3 Работа со спектром 244
4.6.4 Проведение ручного поиска 245
4.6.5 Проведение автоматического поиска 247
4.6.6 Поиск с известными характеристиками 251
4.6.7 Экспорт МС-данных 252
4.7 Количественный анализ 254
4.7.1 Простой анализ 255
4.7.2 Анализ с внутренним стандартом 255
4.7.3 Количественный анализ по МС-данным 255
4.7.4 Расчёт средних 257
4.8 Отчёт 259
4.8.1 Параметры отчёта 260
4.8.2 Создание отчёта 262
4.8.3 Хранение отчётов в электронном виде 263
4.9 Сохранение хроматограмм 266
4.10 Удаление хроматограмм 266
5 Дополнительные модули обработки 267

5.1 Добавление процесса в очередь обработки....268
5.2 Процессы группы Расчёты....269
5.2.1 Расчёт по формулам пользователя....269
5.2.2 Расчёт анализа воздуха....270
5.2.3 Объём газовой пробы....271
5.2.4 Раздельная нормализация....271
5.2.5 Расчёт параметров пиков....271
5.2.6 Расчёт концентрации внутреннего стандарта....274
5.2.7 Расчёт разведения ССЖ (спиртосодержащих жидкостей)....274
5.2.8 Расчёт по ГОСТ 10679....275
5.2.9 Расчёт по ГОСТ 14920....275
5.2.10 Расчёт по ГОСТ 32918 (50802)....276
5.2.11 Экстракция....278
5.3 Процессы групп Экспорт и Импорт....280
5.3.1 Экспорт в XLSX (Excel)....280
5.3.2 Экспорт в NetCDF (МС-данные)....287
5.3.3 Экспорт в ЭДИС "Альбатрос"....288
5.3.4 Импорт из XLSX (Excel)....289
5.3.5 Импорт из CDF....290
5.4 Процессы группы Разметка....291
5.4.1 Разметка по SimDis....291
5.4.2 Фиксация базовой линии....293
5.5 Процессы группы Сервис....295
5.5.1 Интервалы группировки....295
5.5.2 Резервное копирование хроматограмм....296
5.5.3 Очистка проекта....297
5.5.4 Контроль шума....297
5.5.5 Контроль смещения времени....298
5.5.6 Фильтрация....298
5.5.7 Коррекция нулевой линии....300
5.5.8 Компенсация дрейфа....302
5.5.9 Вычитание каналов....305
5.6 Формулы пользователя....307
5.7 Расширения....314
5.7.1 Групповые операции....316
5.7.2 Обзор планов....323
5.7.3 МСД: Сигнал/Шум....326
5.7.4 МСД: Сравнение каналов....329

5.7.5 Фиксация времени удерживания 331
5.8 Конвертер хроматограмм 333
6 Сервис и администрирование 335
6.1 Учётные записи пользователей 335
6.1.1 Настройка учётных записей 335
6.1.2 Сброс учётных записей 341
6.2 Аудит (GLP) 343
6.2.1 Простой аудит 344
6.2.2 Активация детального аудита 344
6.2.3 Журналы детального аудита 347
6.2.4 Отчёты по аудиту 352
6.3 Управление данными пользователя 354
6.3.1 Изменение расположения папки данных 354
6.3.2 Архивирование данных 355
6.3.3 Защита данных 356
6.4 Регламент технического обслуживания 357
6.5 Сервисные операции 359
6.5.1 Команды сервисных операций 362
6.5.2 Калибровка датчика расхода 364
6.5.3 Отжиг таблетки ТИД 367
6.5.4 Отжиг конца колонки в ПФД 368
6.6 Экспертные настройки 370
6.6.1 Включение экспертного режима 370
6.6.2 Настройки Панели управления 371
6.6.3 Параметры ПМ3 373
6.6.4 Параметры ПМ2 382
6.7 Обновление прошивок 384
6.7.1 Обновление главной прошивки хроматографа 384
6.7.2 Обновление прошивки дозатора ДАЖ-2М 387
6.7.3 Обновление прошивки термодесорбера автоматического 388
6.7.4 Обновление прошивки термодесорбера двухстадийного 390
6.7.5 Обновление режимов хроматографа 392
6.8 Обновление программ 394
6.9 Валидация оборудования и программного обеспечения 397
6.9.1 Идентификация ПО и защита от изменений 397
6.9.2 Защита данных 400
6.9.3 Поверка 401
6.9.4 Квалификация IQ-OQ-PQ 407

7 Горячие клавиши и использование мыши 408
8 Контакты 411

1 ВВЕДЕНИЕ

Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик" предназначено для управления аналитическим оборудованием производства СКБ "Хроматэк", сбора и обработки хроматографической информации.

ПО поставляется для лабораторных и промышленных хроматографов, независимо от их конфигурации в составе:


Хроматэк Навигатор. Рабочий стол оператора, справочная система, аудит, администрирование.


Панель управления. Управление хроматографами и вспомогательным оборудованием.


Хроматэк Аналитик. Обработка хроматограмм, создание отчётов.


Контрольные карты Шухарта. Создание статистических контрольных карт.


Конфигуратор ВЭЖХ. Настройка конфигурации компонентов жидкостного хроматографа "Хроматэк Кристалл ВЭЖХ 2014".

Сервис Modbus. Автоматизация передачи данных в сетях TCP/IP по коммуникационному протоколу Modbus.

1.1 Характеристики и возможности программы

Совместимость ПО с операционными системами:

- Windows 7, 8.x, 10, 11.

Комплекс программного обеспечения может быть размещён:

1. на одиночном компьютере, не подключённом к сети,
2. в одноранговой компьютерной сети.

В варианте 2 возможно централизованное хранение данных на одном компьютере с доступом к них с других компьютеров в сети.

Виды данных, предназначенные для централизованного хранения на лабораторном сервере:

- аппаратные настройки,
- параметры измерительного метода,
- данные измерений,
- результаты обработки данных.

Интерфейс ПО:

- Язык интерфейса программы (на выбор): русский, английский, китайский.

Администрирование ПО:

- Создание учётных записей пользователей с гибкой настройкой полномочий (уровней доступа), логином и паролем. Возможность задания времени простоя для автоматического разлогирования.
- Ведение журнала, регистрирующего все действия оператора в программе обработки в соответствии с требованиями GLP.
- Защита данных от изменения сторонним программным обеспечением. Уровень защиты ПО от преднамеренных или непреднамеренных изменений подтверждён свидетельством описания типа средства измерения и соответствует уровню "Высокий" согласно Р 50.2.077-2014. Реализованы функции в соответствии с требованиями к компетентности испытательных лабораторий ГОСТ ISO/IEC 17025-2019.
- Резервное копирование данных.
- Архивирование данных, простоя перенос всех данных и настроек ПО на другой компьютер.
- Возможно проведение IQ-OQ-PQ квалификации ПО (а также оборудования "Хроматэк").
- Автоматическая PQ-квалификация.
- Возможна конвертация пользовательских данных (хроматограммы и методы) из версии 2 в версию 3.
- Возможно бесплатное обновление ПО с сайта производителя.

Метрологически-значимые модули:

- Модуль ядра программы (файл Analytic3Core.dll), а также модули некоторых специальных расчётов защищены от изменений сторонними средствами, целостность и неизменность контролируется с помощью хэш-кода. Для контроля возможно использование любого ПО или сервиса, вычисляющего хэш-код по алгоритму MD5.

Документация и поддержка:

- Пользователю доступна контекстно-зависимая справка и интерактивные учебные модули, которые ускоряют процесс изучения ПО.
- Библиотека содержит эксплуатационные документы на всё оборудование и программное обеспечение "Хроматэк".
- Доступен поиск сразу по всей библиотеке.

Управление оборудованием:

- Реализовано программное управление и контроль всех рабочих параметров хроматографа.
- Возможен одновременный и независимый сбор данных от нескольких хроматографов и нескольких детекторов и возможность работы с различными приложениями, не прерывая процесса измерений и обработки.
- Количество одновременно записываемых сигналов программно не ограничено и определяется только конкретной конфигурацией оборудования.
- Доступна автоматизация выполнения серии анализов с гибкими настройками времени и условий выполнения каждого анализа с автоматической обработкой и выдачей результатов, как с участием, так и без участия оператора.
- Возможность отправки диагностической информации разработчикам по email.
- Регламент технического обслуживания.
- Реализована функция фиксации времён удерживания (RTL – retention time lock), позволяющая менять хроматографические колонки без изменения метода обработки.

- Графическая диагностика изменения параметров узлов хроматографа во времени не только на этапе анализа, но и в промежутках между анализами.
- Возможна интеграция со сторонним программным обеспечением по REST API.
- Возможна настройка напоминаний о необходимости проведения регламентных работ.

Обработка хроматограмм:

- Обработка хроматограмм и расчет результатов анализа ведётся в одной программе без запуска дополнительных программ.
- Реализована пакетная (групповая) обработка хроматограмм.
- Возможен просмотр и обработка хроматограмм, выдача результата после выхода интересующих пиков, не дожидаясь окончания анализа.
- Реализовано автоматическое определение шумов и обнаружение пиков на хроматограмме.
- Доступно выявление и идентификация неограниченного количества соединений.
- Доступно построение многоточечной градуировки с неограниченным количеством уровней.
- Доступно усреднение результатов анализа и контроль сходимости результатов количественного анализа.
- Возможен количественный расчет различными методами (простая нормализация, нормализация площадей и концентраций с абсолютными и относительными поправочными коэффициентами, внешний стандарт, внутренний стандарт — классический метод и метод наименьших квадратов, абсолютная градуировка — классический метод и метод наименьших квадратов).
- Доступно наложение хроматограмм друг на друга.
- Возможна регистрация и разметка пиков шириной менее одной секунды.
- Доступна ручная корректировка пиков на хроматограмме. При этот её результат фиксируется в журнале аудита.
- Доступна вертикальная и тангенциальная разметка плохо разделённых пиков.
- При проведении разметки автоматически обнаруживается и учитывается положительный и отрицательный наклон нулевой линии.
- Программа обладает гибкими настройками разметки пиков, позволяет учесть переменную ширину и надёжно разметить, как узкие, так и широкие пики. Для более качественной разметки применяются события интегрирования.
- Возможна разметка по шаблону.
- Доступна фильтрация сигнала детектора (уменьшение шума, устранение одиночных выбросов). При этом исходные "сырые" данные сохраняются, возможно их восстановление.
- Доступна компенсация дрейфа на хроматограмме.
- Доступна быстрая визуальная оценка формы и разметки пиков для выбранной группы хроматограмм.
- Идентификация компонентов по времени удерживания и индексам удерживания.
- ПО содержит алгоритмы автоматической идентификации пиков по двум каналам при использовании параллельного детектирования пробы на двух колонках с фазами различной полярности
- Результаты обработки группы хроматограмм отображаются в сводной таблице.
- Возможно создание формул пользователя.
- Возможен экспорт данных в форматы: XLSX, CSV, TXT, XML, JSON, CDF.
- Возможен экспорт данных в LIMS.
- В отчёте по анализу возможна гибкая вёрстка макета страницы с использованием своих логотипов и пользовательских данных.
- Значительно расширен функционал отчёта в сравнении с предыдущими версиями "Хроматэк Аналитик".

- Доступно графическое представление истории измерений.
- Возможность введения в программное обеспечение различных дополнительных расчетов под задачи заказчика по согласованию.

Получение и обработка масс-спектрометрических данных:

- Программное обеспечение позволяет осуществлять настройку, диагностику, получение масс-спектров, обработку, представление и хранение результатов измерений.
- Возможность создание отчётов настройки детекторов, хроматографирования и масс-спектрометрического библиотечного поиска.
- Автоматический расчёт корректного параметра времени интегрирования сигнала на каждой массе в режиме SIM.
- Автоматический сбор и группировка соединений в сегменты при сканировании выбранных ионов
- Возможность записи как центроидных, так и профильных данных.
- Автоматическое создание SIM-метода многокомпонентного скрининга с выбором оптимальных ионов целевых веществ и разбивкой хроматограммы на временные окна на основе данных, полученных в режиме полного сканирования стандартной смеси целевых веществ.
- Создание метода комбинированного сканирования (Full-Scan/SIM) без использования таблицы событий сканирования.
- Алгоритм обработки данных для минимизации интерферирующих влияний в экстрактах сложных матриц за счёт изменения расчётных ионов без повторного ввода пробы или построения дополнительных калибровочных кривых.
- Интерактивная и функционально встроенная в программное обеспечение библиотека оптимальных ионов, вызываемых по умолчанию при построении SIM-метода.
- Количество веществ, включенных во встроенную библиотеку оптимальных ионов, автоматически вызываемых программным обеспечением при построении SIM-метода не менее 500.

1.2 Требования к компьютеру

ПО работает на компьютерах под управлением операционной системы Windows, различных версий. Ниже приведены минимальные требования к компьютеру.

Поскольку существует большое количество моделей процессоров, отличающихся характеристиками, подразумевается, что для работы ПО допускается использовать наименее производительный процессор из числа выпускавшихся в указанном году.

Для более комфортной работы рекомендуется использовать компьютер со следующими характеристиками (или лучшими):

Таблица 1.1 – Рекомендуемые требования к компьютеру

Категория	**Значение**
Версия Windows	7, 8, 10
Оперативная память, Мбайт, не меньше	4096
Процессор Intel или AMD, год выпуска не раньше	2013
Разрешение монитора, не меньше	1024×768
Жесткий диск, на котором установлено ПО, Гбайт, не меньше	10
Жесткий диск, на котором расположено хранилище данных, Гбайт, не меньше	100
Количество Ethernet-адаптеров в компьютере	2*

* Ethernet-адаптер, интегрированный в материнскую плату компьютера следует использовать для подключения к локальной сети и Интернет. Хроматограф должен быть подключён к отдельному Ethernet-адаптеру. Это позволяет избежать разрывов соединения.

Для работы "Хроматэк Аналитик 3.1" необходимо наличие установленного в системе свободно-распространяемого ПО Microsoft .NET Framework 4.0. Данное ПО входит в базовый комплект поставки "Хроматэк Аналитик 3.1" и устанавливается автоматически.

Системные требования специализированных приложений соответствуют требованиям "Хроматэк Аналитик 3.1".

Кроме всего вышеперечисленного вам потребуется привод CD дисков, манипулятор типа "мышь", принтер для печати отчётов и свободные порты на компьютере (LAN, USB или COM) для подключения хроматографического оборудования.

1.3 Процессорные модули хроматографов

Хроматографы СКБ "Хроматэк" разных моделей и годов выпуска работают под управлением следующих процессорных модулей:

Таблица 1.2 – Версии процессорных модулей в приборах СКБ "Хроматэк"

Процессорный модуль	**Модель прибора**
ПМ3	Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000" с зав. № 253101
	Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 9000" с зав. № 291301
	Жидкостный хроматограф "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014"
	Масс-спектрометрический детектор
ПМ2	Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000" до зав. № 253101
	Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 7000" (промышленный)
	Газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 9000" до зав. № 291301
	Газовый хроматограф "Хроматэк-Газохром 2000" (портативный)
	Газовый хроматограф "Кристалл 2000М" с зав. № 4400
	Блок сбора данных
	Формирователь газовых потоков
ПМ1	Газовый хроматограф "Кристалл 2000М" до зав. № 4400

Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик 3.1" поддерживает все эти процессорные модули.

Процессорный модуль ПМ1 работает с программой "Панель управления" версии 1.4. Данная программа входит в состав установочного пакета "Хроматэк Аналитик", но по умолчанию не устанавливается.

Если вам необходимо работать с ПМ1, добавьте её вручную в разделе **Выбор компонентов** программы установки "Хроматэк Аналитик".

В данном руководстве "Панель управления ПМ1" не рассматривается.

1.4 Совместимость программ и прошивок

Рекомендуемые параметры выделены жирным шрифтом.

Таблица 1.3 – Совместимость программ и прошивок

ПО/Прошивка	**Версия**	**Хроматэк Аналитик**
Windows	XP	2.5, 2.6, 3.0, 3.1
	7	2.6, 3.0, 3.1
	8	3.0, 3.1
	10	3.0, 3.1
Панель управления	**1.1.4.3** и ниже	2.5
	1.2.x.x – 1.4.4.x[1]	2.6
	1.4.5.x[2]	2.6, 3.0, 3.1
	2.0.x.x (**2.0.32.x и выше**)[3]	3.0, 3.1
Прошивка ПМ3	03.20.16.541 и ниже[4]	2.6
	03.21.16.633 и выше	3.0, 3.1
Прошивка ПМ2	02.02.x.x (**02.02.06.000**)[5]	2.6, 3.0, 3.1
	03.00.x.x (**03.00.15.009**)	2.6, 3.0, 3.1
Прошивка ПМ1	2.x (**2.52**)	2.5, 2.6, 3.0, 3.1

[1] Не рекомендуется использовать данные версии "Панели управления".

[2] Для работы с "Хроматэк Аналитик 3.x" в "Панели управления 1.4" должны быть включены **именованные каналы**.

[3] "Панель управления" 2.0.21.7 и выше может загружать методы, созданные в версии 1.4.5.x.

[4] Из-за аппаратных ограничений может устанавливаться в хроматографы, выпущенные до марта 2017 года.

[5] Рекомендуется для хроматографов с 4-строчным дисплеем. Нельзя применять при работе с ТДС двухстадийным и ДАЖ-2М с четырьмя светодиодами

Программы "Панель управления 1.4.5.x" и "Хроматэк Аналитик 2.x" в данном руководстве не рассматриваются.

2 ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Основные этапы подготовки к работе:

Ознакомьтесь с особенностями организации сбора и хранения данных при работе с "Хроматэк Аналитик"

Если хроматограф подключен по интерфейсу Ethernet (рекомендуемый вариант):

Настройте сетевые параметры компьютера

Настройте сетевые параметры хроматографа

Если хроматограф подключен по интерфейсу USB – установите и настройте USB-драйвер

Подключение хроматографа с процессорным модулем ПМ2 по интерфейсу RS-232 (COM) дополнительных настроек не требует.

Настройте соединение с хроматографом

Если необходимо, создайте учётные записи пользователей

Настройте "Хроматэк Аналитик"

Если необходимо, включите аудит

2.1 Хроматэк Навигатор



Работа начинается с запуска программы "Хроматэк Навигатор", которая выполняет функции рабочего стола оператора аналитических приборов "Хроматэк".

Функции программы "Хроматэк Навигатор":



Библиотека содержит всю документацию, поставляемую с хроматографом – руководства по эксплуатации на хроматографы и вспомогательное оборудование, руководства пользователя на программное обеспечение, инструкции, сертификаты, методические рекомендации.



Видеоуроки позволят вам освоить работу с ПО "Хроматэк Аналитик" максимально быстро. Кроме того, они содержат обзорные лекции по хроматографии и руководства по монтажу и техническому обслуживанию отдельных частей хроматографического комплекса.



В программе "Хроматэк Навигатор" выполняются процедуры настройки интерфейсов связи и создания соединений с хроматографами. После создания соединений, кнопки их запуска появляются на рабочем столе оператора.



Для всех пользователей могут быть настроены учетные записи с паролями, разделением полномочий, цифровыми сертификатами.



"Хроматэк Навигатор" позволяет организовать простой или детальный аудит программного обеспечения и пользовательских данных в соответствии с требованиями GLP. При этом данные могут быть защищены от удаления или изменения сторонним программным обеспечением.



"Хроматэк Навигатор" предоставляет доступ к хранилищу отчётов, позволяет подписывать документы в формате XPS.



"Хроматэк Навигатор" позволяет просматривать и редактировать встроенную библиотеку оптимальных ионов (SIM-ионов), рекомендуемых для выбора при построении SIM-метода с масс-спектрометрическим детектором.



Программа позволяет просматривать планы (последовательности) анализов. При выполнении каждой последовательности записывается журнал, по которому можно детально оценить результаты работы Планировщика. Данная функция реализована в первую очередь для "Хроматэк Аналитик 3.0". Для версии 3.1 используйте соответствующее расширение, оно позволяет проводить оценку полученных хроматограмм более оперативно.



Центр удаленной диагностики, реализованный на базе свободно-распространяемой программы **TeamViewer** позволяет при подключении компьютера пользователя к Интернет оперативно решить возникшую проблему или получить консультацию по методическим вопросам.



Если на вашем компьютере нет интернета, и вам нужна консультация техподдержки, вы можете записать видео с экрана и отправить его в службу техподдержки с другого компьютера. Это видео поможет нам понять суть вашей проблемы.



При наличии интернета выполняется автоматическая проверка обновлений.

Кроме того:

- "Хроматэк Навигатор" предоставляет информацию о версиях установленных программ пакета, версиях прошивок в подключенных хроматографа. Ведет подсчет места на диске, занимаемом хроматограммами, методами, диагностическими логами. Предупреждает пользователя о недостатке свободного места.
- В разделе **Сервис** располагаются вспомогательные программы и функции, такие как конвертер единиц измерения, конвертер хроматограмм и т.д.

Для сервисных инженеров и системных администраторов доступен дополнительный функционал в режиме **Администрирование**:

- Управление расположением хранилища данных пользователя.
- Защита данных от изменения сторонними средствами.
- Ведение ревизий хроматограмм и методов.
- Резервное копирование всех пользовательских настроек и данных.
- Валидация оборудования и программного обеспечения с созданием протокола квалификации IQ/OQ/PQ.

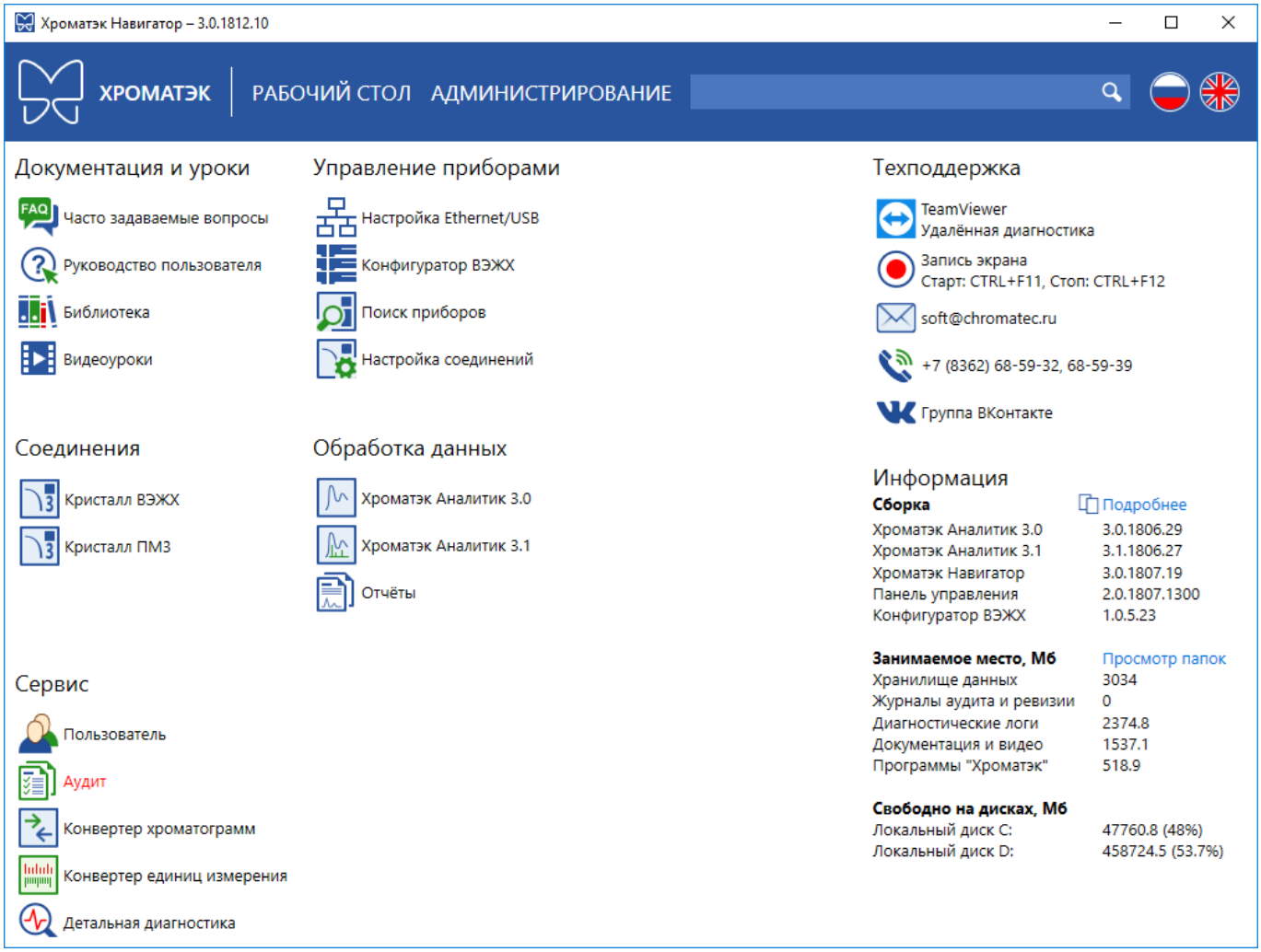


Рисунок 2.1 – Хроматэк Навигатор. Рабочий стол

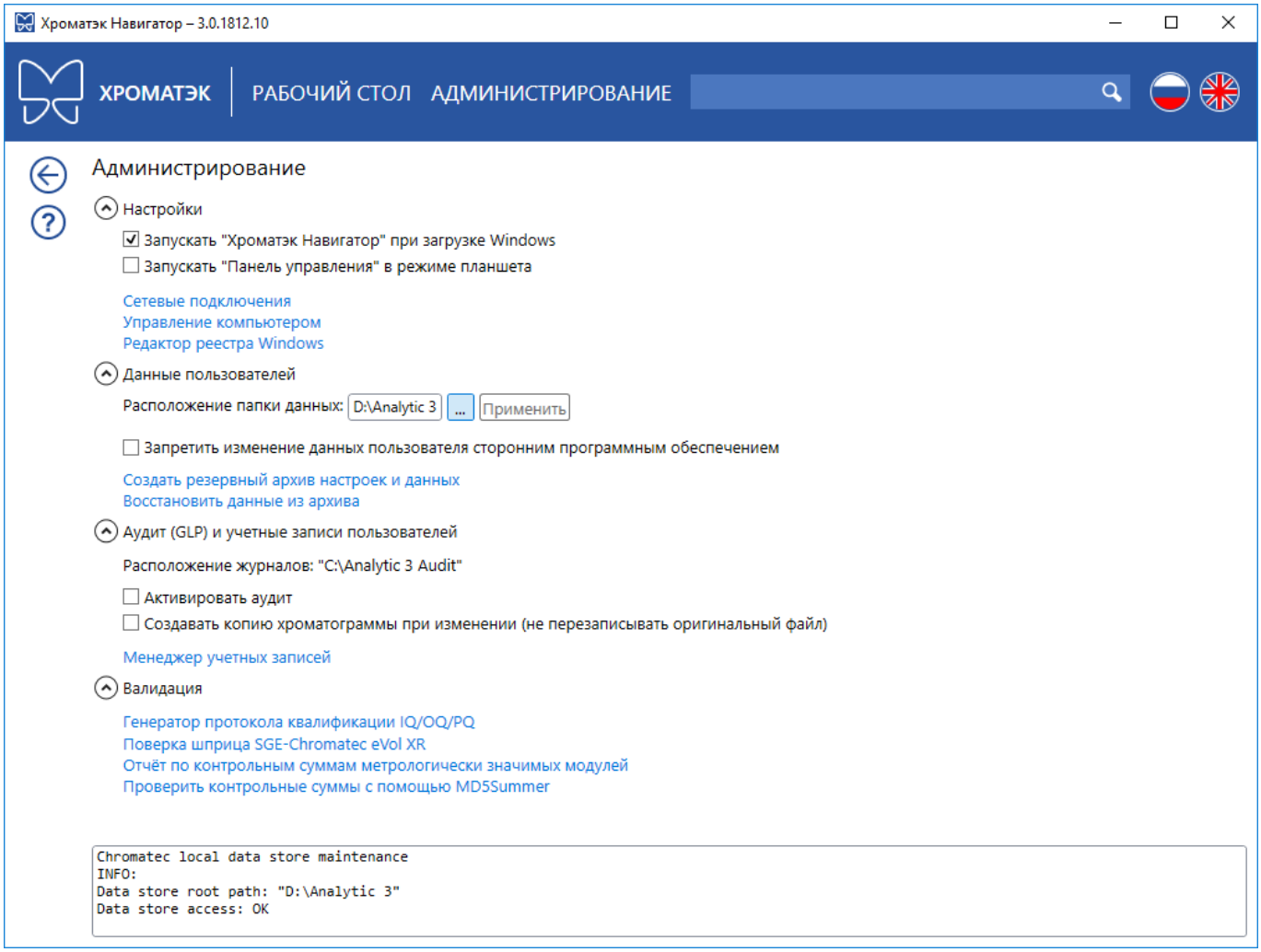


Рисунок 2.2 – Хроматэк Навигатор. Администрирование

2.2 Организация сбора и хранения данных

Пользовательские данные (методы, хроматограммы и отчёты) могут располагаться как на локальном компьютере (где установлено программное обеспечение "Хроматэк Аналитик"), так и на удаленном, например – на сервере.

Возможна организация одновременного хранения хроматограмм на локальном компьютере и удаленном.

При установке "Хроматэк Аналитик" пользователю предлагается указать папку для хранения данных (методов, хроматограмм и отчётов). По умолчанию программа установки предлагает следующий путь – "c:\Analytic 3\" (или "d:\Analytic 3\" при наличии в системе диска d).

Путь к папке данных может быть изменен

В "Хроматэк Аналитик" может быть реализована сетевая архитектура Клиент-Сервер, при которой пользовательские данные (методы, хроматограммы и отчёты) хранятся на сервере.

Для организации такого хранения данных необходимо в качестве папки данных указать сетевую папку, расположенную на сервере.

На рисунке ниже показан пример организации включения хроматографов в локальную сеть предприятия и работы в режиме "Клиент-Сервер".

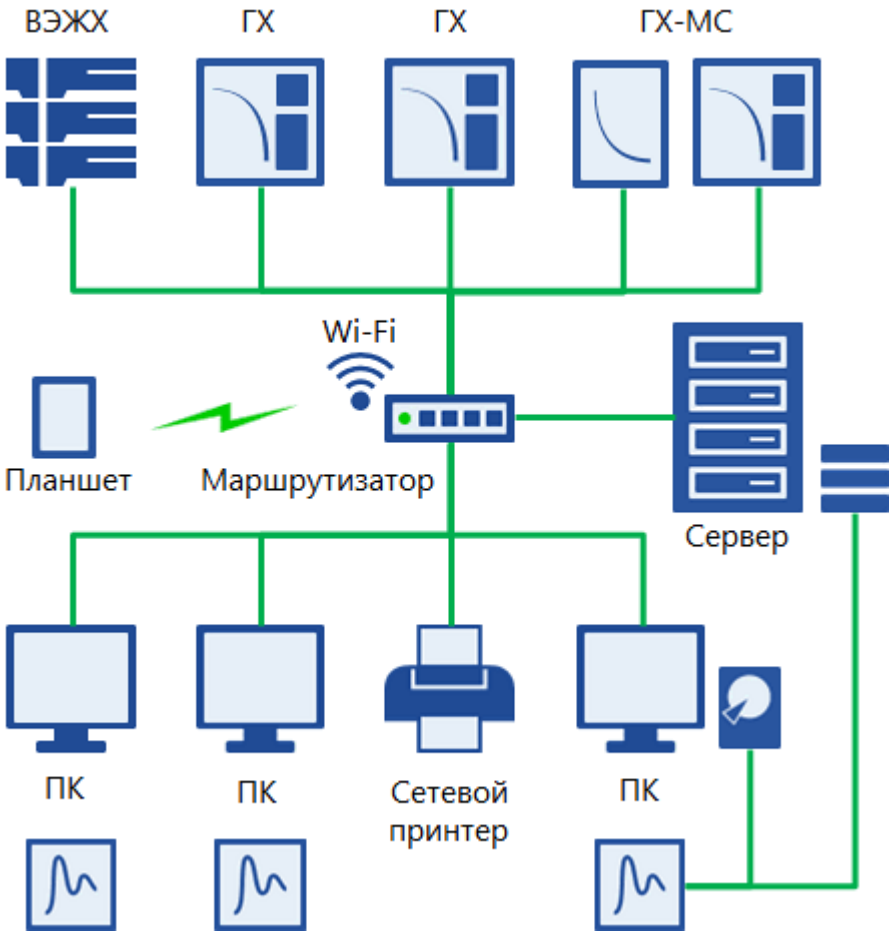


Рисунок 2.3 – Пример организации локальной сети

Так же передача данных от клиента ("Хроматэк Аналитик") серверу возможна с использованием коммуникационного протокола Modbus.

2.3 Выбор способа подключения хроматографа

В зависимости от типа процессорного модуля хроматограф может быть подключен к компьютеру с использованием одного из следующих интерфейсов передачи данных:

Таблица 2.1 – Интерфейсы передачи данных

Процессорный модуль	**Интерфейс**
ПМ3	Ethernet, USB
ПМ2	Ethernet, USB, RS-232 (COM)
ПМ1	RS-232 (COM)

2.3.1 Особенности подключения по Ethernet

Ethernet является наиболее надежным интерфейсом и по возможности для подключения хроматографов с ПМ3 и ПМ2 рекомендуется использовать именно его.

В хроматографах с ПМ2, выпущенных до 2016 года, Ethernet-адаптер не устанавливался. Он может быть приобретен по отдельному заказу.

Для подключения хроматографа применяется кабель патч-корд UTP кат.5e, длиной до 10 м.



Рисунок 2.4 – Кабель Ethernet

2.3.2 Особенности подключения по USB

Интерфейс USB менее надежен, чем Ethernet или RS-232 и его следует использовать только в случае невозможности применения этих интерфейсов.

Известные проблемы с USB и способы их решения

ПМ2:

Для подключения по USB процессорного модуля ПМ2 используется драйвер USB2COM. Он преобразует соединение в виртуальный COM-порт.

ПМ3:

Для подключения по USB процессорного модуля ПМ3 используется **адаптер** USB-Ethernet. При этом в операционной системе появляется дополнительный сетевой адаптер и все настройки для него проводятся аналогично описанным для Ethernet.

Мы рекомендуем использовать адаптеры TP-Link.

Адаптер USB-Ethernet по умолчанию в комплект поставки **не входит**. Может быть поставлен по отдельному заказу.



Рисунок 2.5 – Адаптер USB-Ethernet

2.3.3 Особенности подключения по RS-232

Можно использовать только с процессорным модулем ПМ2.

Интерфейс RS-232 (COM) считается устаревшим из-за низкой скорости передачи данных. По этой причине он не применяется в ПМ3. Однако для ПМ2 и ПМ1 ему следует отдать предпочтение перед USB.

Настройка интерфейса RS-232 для работы с хроматографом не требуется.



Рисунок 2.6 – Кабель RS-232 9x25

Поскольку RS-232 не поддерживается материнскими платами современных компьютеров, для работы с ним необходимо использовать платы расширения (мультипортовые платы, мультикарты).

Платы расширения для шин PCI и PCI Express содержат 2 и более COM-портов.



Рисунок 2.7 – Плата расширения COM-портов

В случае невозможности использовать плату расширения (например, при подключении хроматографа к ноутбуку), можно применить переходник USB-COM.



Рисунок 2.8 – Переходник USB-COM

Когда два хроматографа (или более) подключены к компьютеру по USB и RS-232, возможен конфликт номеров портов.

Для его устранения откройте **Диспетчер устройств** Windows:

Windows 7:

- Нажать **ПУСК**.
- Щелкнуть правой кнопкой мыши на кнопке Компьютер.
- Выбрать Диспетчер устройств.

Windows 10:

- Щелкнуть правой кнопкой мыши на кнопке **ПУСК**.
- Выбрать Диспетчер устройств.

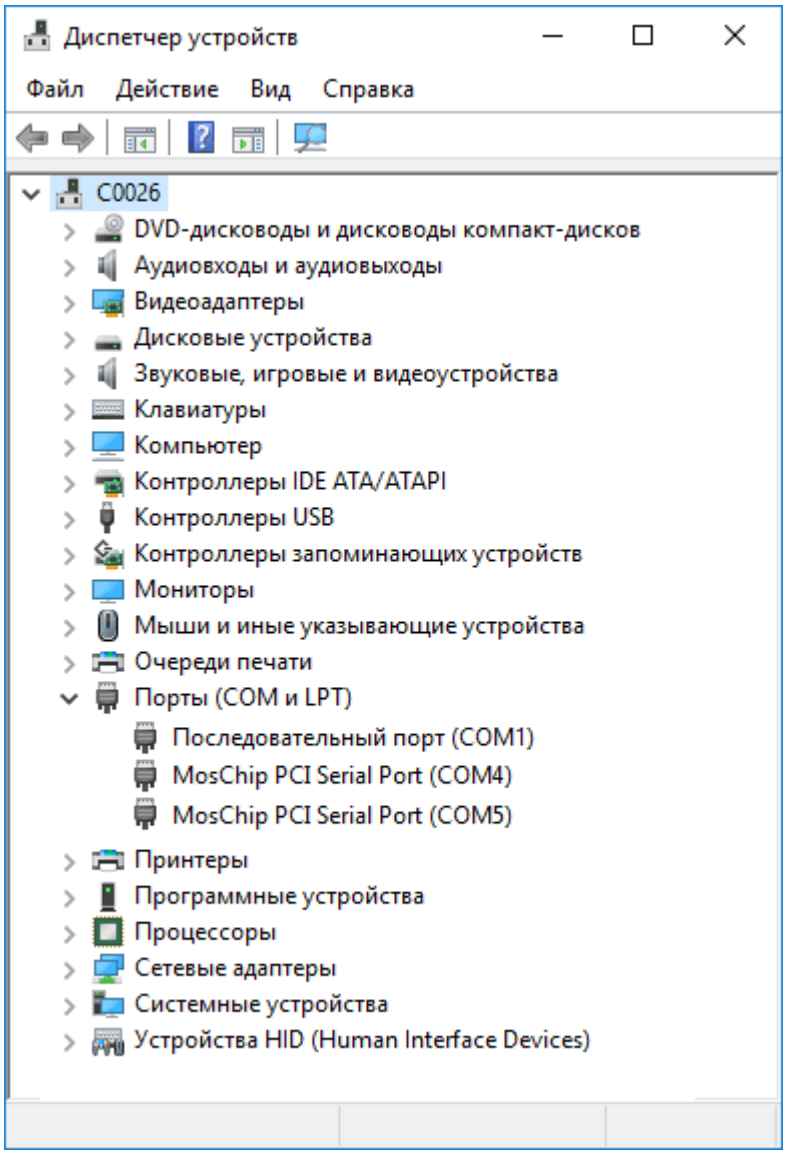


Рисунок 2.9 – Диспетчер устройств

2.4 Подключение по Ethernet

При подключении хроматографа по интерфейсу Ethernet необходимо настроить сетевые параметры самого хроматографа, периферийных устройств (МСД) и компьютера.

Возможны следующие варианты подключения хроматографа:

Хроматограф подключен к компьютеру напрямую или через свитч, других компьютеров в сети нет

Хроматограф подключен к локальной сети:

Компьютеры и хроматографы находятся в одном сегменте сети

Компьютеры и хроматографы находятся в разных сегментах сети

В хроматографе указывается статический IP-адрес. Если в вашей сети устройства получают IP-адрес динамически от DHCP-сервера, обратитесь к администратору сети вашего предприятия. Он должен выдать для хроматографа IP-адрес, исключив его из автоматической раздачи DHCP сервера.

В этом случае сетевые настройки компьютера не меняются (остается заданное по умолчанию динамическое получение IP).

2.4.1 Настройка адреса компьютера


Запустите программу "Хроматэк Навигатор".


В главном окне "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Настройка Ethernet/USB**.

3. Нажмите – Настройте сетевые параметры компьютера.
4. На экране появится список сетевых подключений. Дважды щелкните по доступному сетевому подключению (по кнопке подключение по локальной сети.
5. Нажмите на кнопку **Свойства**.
6. Выберите – **Протокол Интернета версии 4 (TCP/IPv4)**. Нажмите на кнопку **Свойства**.

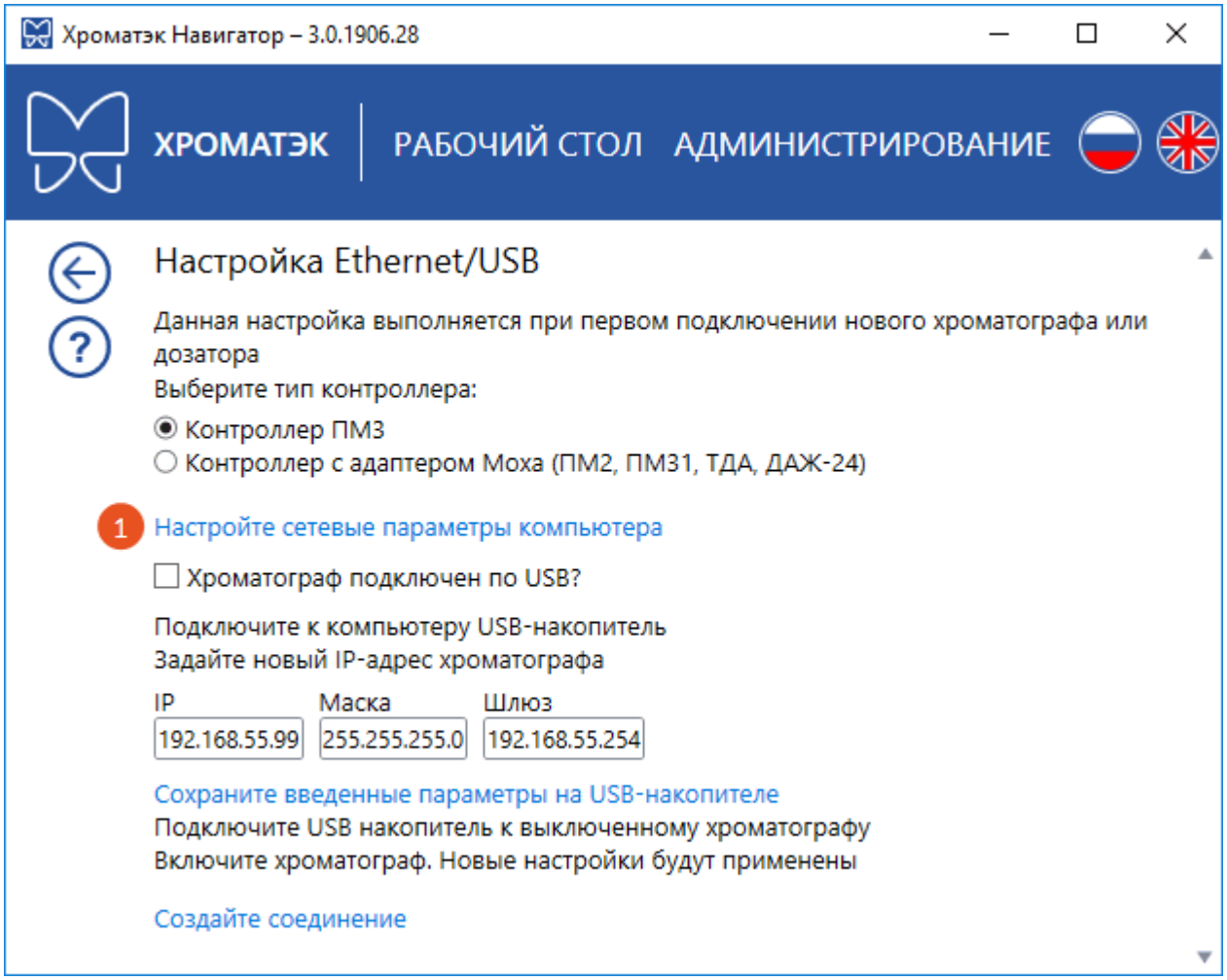


Рисунок 2.10 – Настройка сетевых параметров компьютера

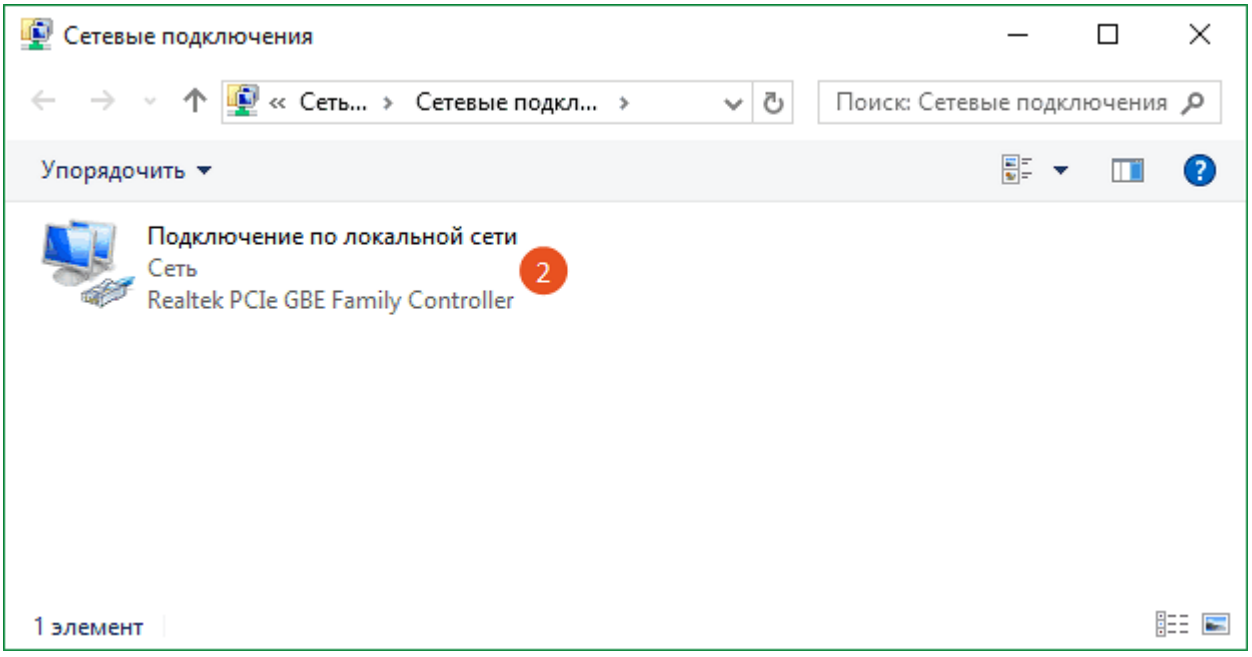


Рисунок 2.11 – Выбор сетевого подключения

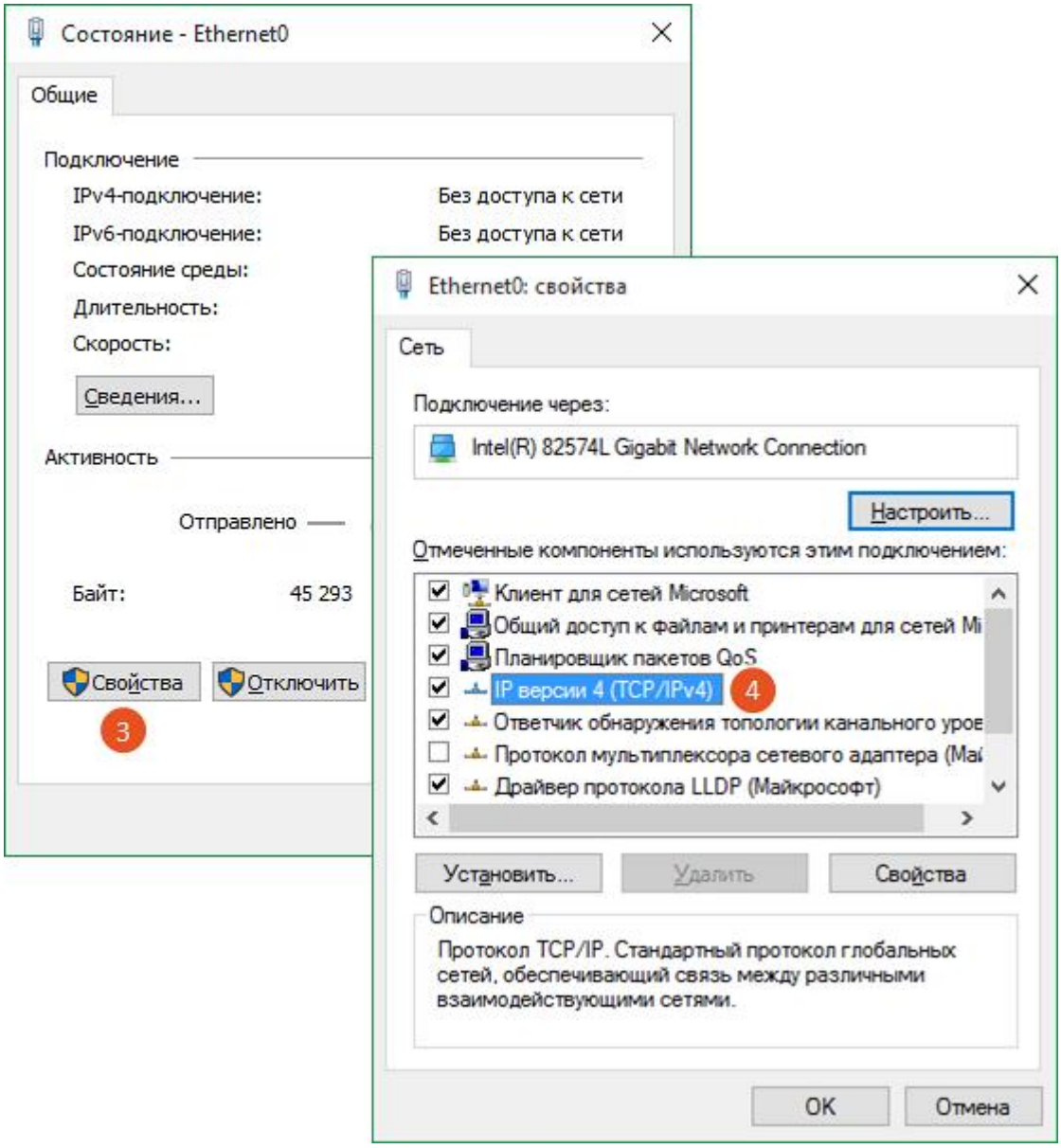


Рисунок 2.12 – Свойства сети и протокола

2.4.1.1 Хроматограф подключен к компьютеру напрямую или через свитч, других компьютеров в сети нет

Простейший и самый распространенный способ подключения. Все настройки пользователь может проделать сам, не обращаясь к администратору сети.

Сеть будет состоять из компьютера, хроматографа и МСД (если есть):

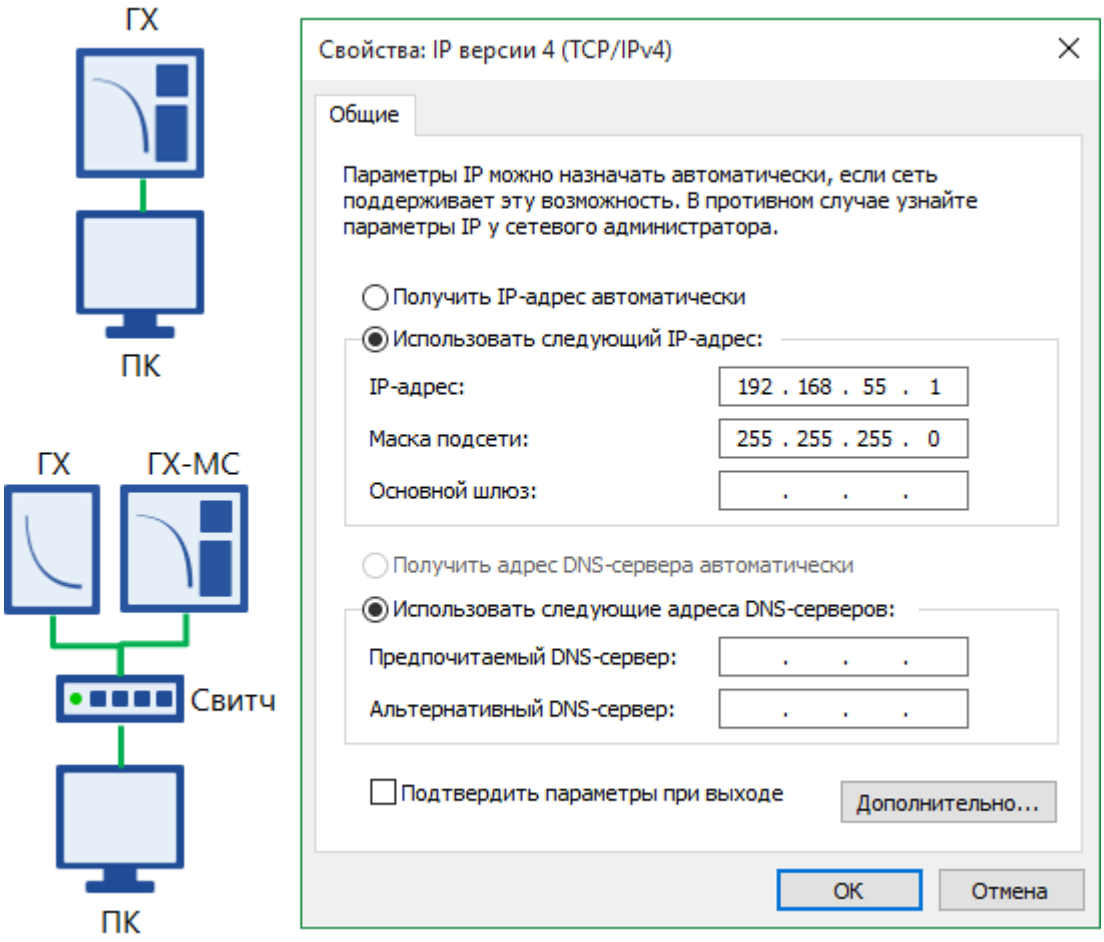


Рисунок 2.13 – Настройка IP-адреса для компьютера, не включенного в локальную сеть

Введите IP-адрес и маску подсети, как показано на рисунке выше.

Нажмите **ОК** и **Закрыть** во всех открытых диалогах. Сеть настроена.

2.4.1.2 Локальная сеть. Компьютеры и хроматографы находятся в одном сегменте

Сеть для небольших лабораторий, не связанная с другими лабораториями.

Сетевые параметры, показанные на рисунке, приведены для примера. Сетевой администратор вашего предприятия может выдать другие параметры IP-адресов.

Каждому компьютеру такой сети присваивается IP-адрес следующего вида: 192.168.55.xxx.

Здесь **xxx** – индивидуален для каждого компьютера, не должен совпадать с адресами хроматографов.

На заводе-изготовителе IP-адрес хроматографа задается таким образом, что последняя цифра в адресе может принимать значения от 100 до 250. Поэтому для компьютеров следует задавать адреса вне данного диапазона.

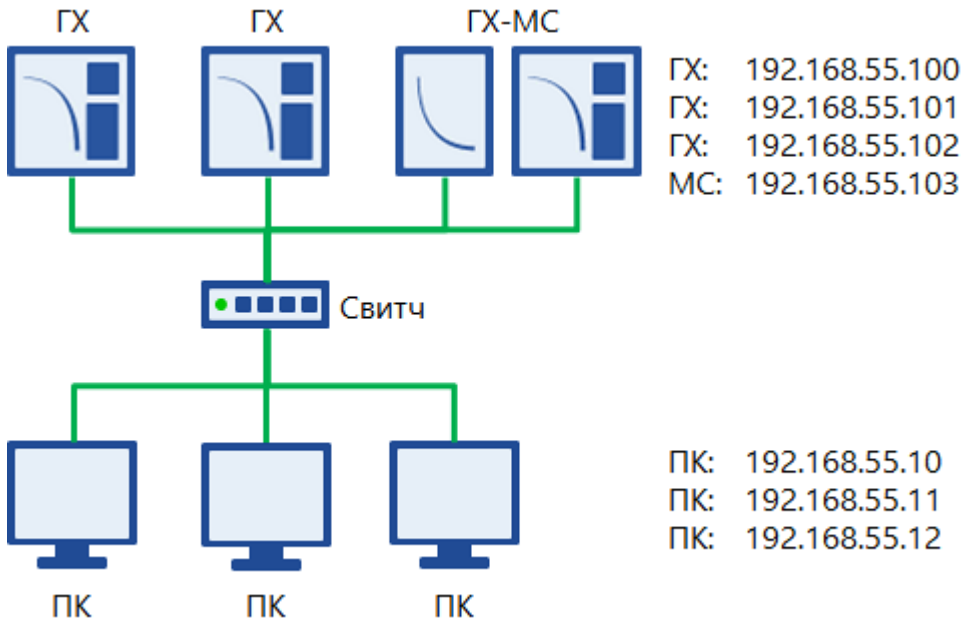


Рисунок 2.14 – Компьютеры и хроматографы находятся в одном сегменте сети

2.4.1.3 Локальная сеть. Компьютеры и хроматографы находятся в разных сегментах

Данная организация сети является предпочтительной для крупных предприятий, в которых сети лабораторий и цехов связаны.

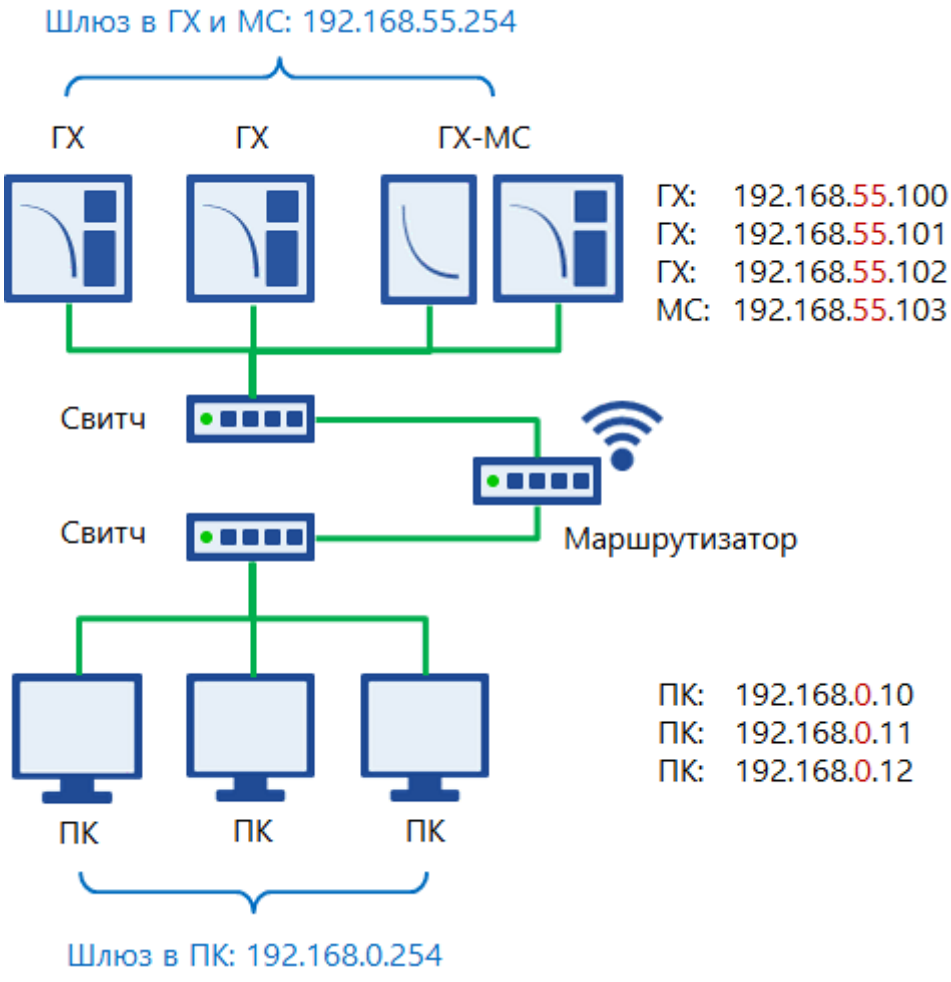


Рисунок 2.15 – Компьютеры и хроматографы находятся в одном сегменте сети

Сетевые параметры, показанные на рисунке, приведены для примера. Сетевой администратор вашего предприятия может выдать другие значения шлюзов и IP-адресов.

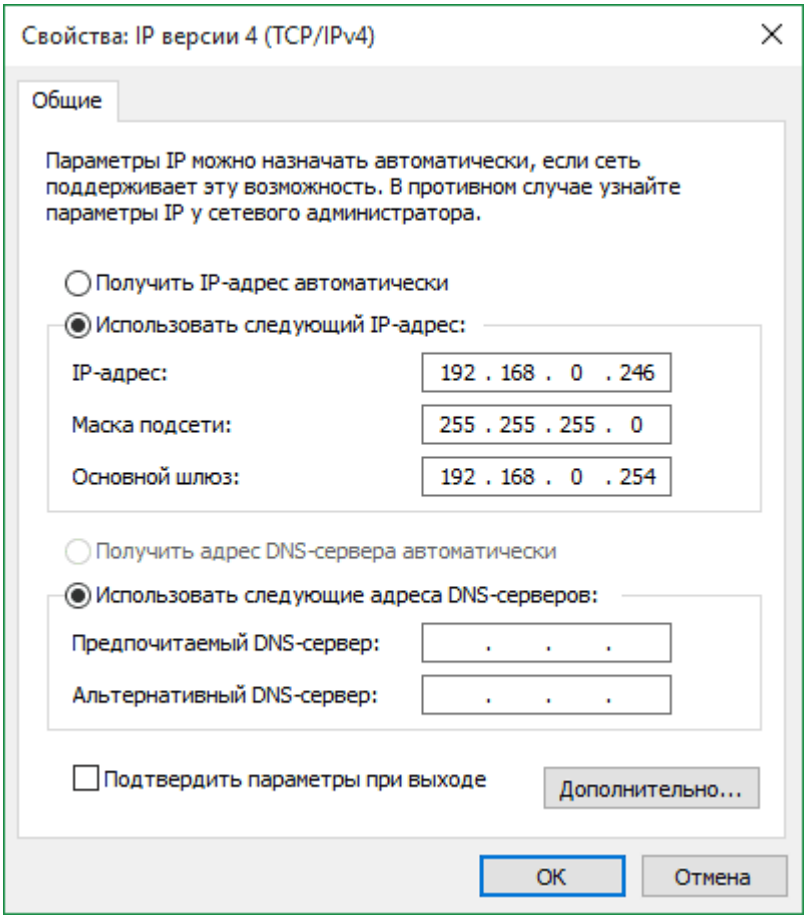


Рисунок 2.16 – Настройка IP-адреса для компьютера, включенного в локальную сеть

Введите IP-адрес, маску посети и основной шлюз, выданные администратором сети. Нажмите **ОК** и **Закрыть** во всех открытых диалогах. Сеть настроена.

2.4.1.4 Дополнительные подсети

Если компьютер и хроматограф расположены в разных подсетях (например, IP компьютера xxx.xxx.**0**.xxx, а IP хроматографа xxx.xxx.**55**.xxx), то потребуется добавить дополнительные подсети.

1. Нажмите на кнопку **Дополнительно**.
2. Добавьте новую подсеть.
3. Введите IP адрес компьютера в подсети. Он отличается от основного третьей цифрой.
4. Нажмите **Добавить**.
5. Нажмите **ОК**.

На заводе изготовителе для хроматографа задаётся адрес 192.169.**55**.xxx. Здесь **xxx** – индивидуален для каждого компьютера, не должен совпадать с адресами хроматографов.

Если в состав аппаратно-программного комплекса входит периферийное устройство, содержащее адаптер MOXA (ТДА, ДАЖ-2М-28), то вам необходимо добавить подсеть 192.168.**127**.xxx.

ДАЖ-2М-28 также может обозначаться, как ДАЖ-2М-24-4.

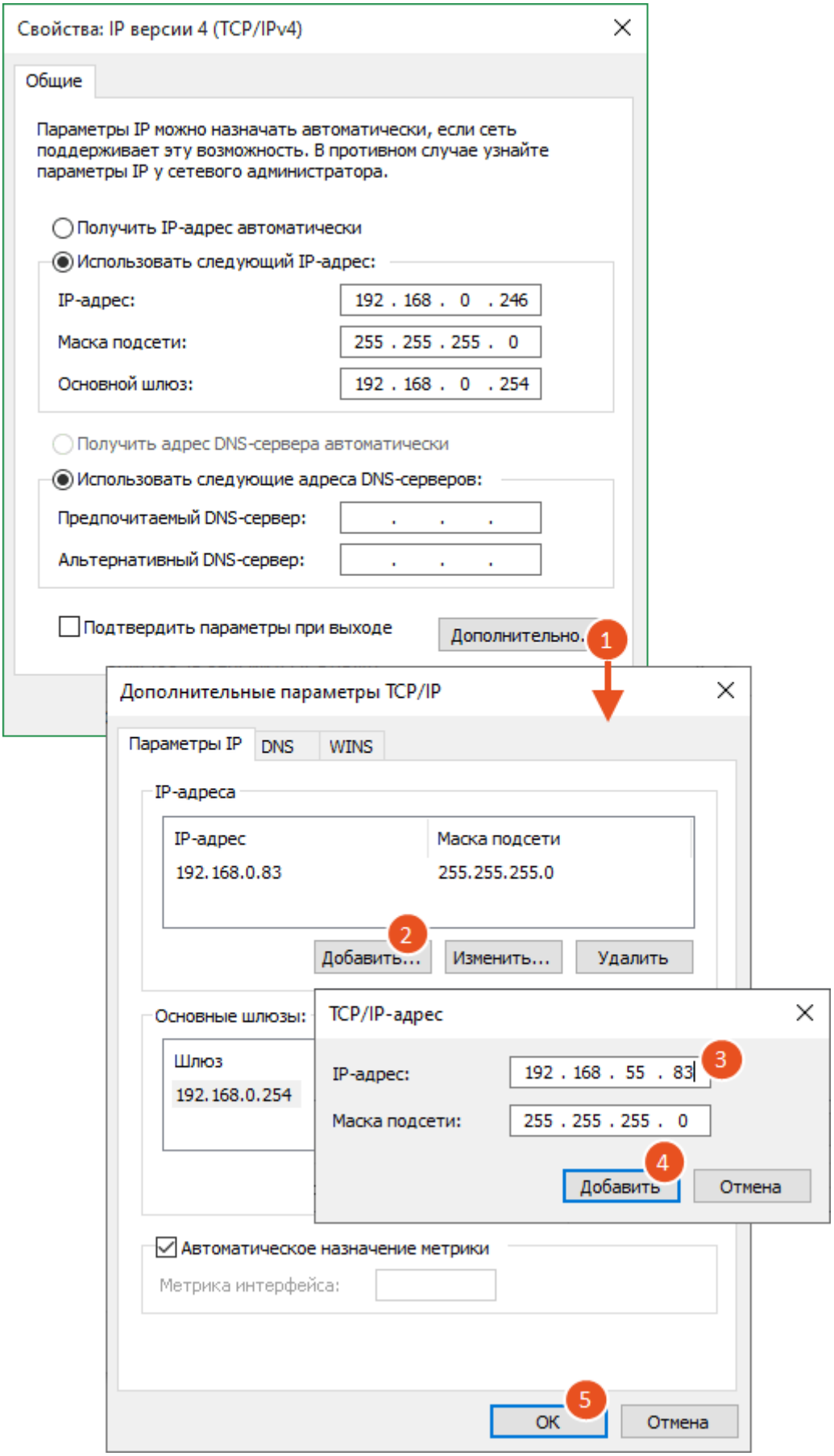


Рисунок 2.17 – Добавление дополнительной подсети

2.4.2 Настройка адреса хроматографа с ПМ3

Если вы не добавили дополнительную подсеть и адрес компьютера не равен **192.168.55.xxx**, тогда необходимо настроить IP-адрес хроматографа.

Сетевые настройки хроматографа можно изменить, не соединяясь с ним. Необходимо записать на USB-накопитель специальный файл настроек, подключить накопитель к разъему **Firmware** на задней стенке хроматографа и включить прибор. После загрузки прибора сетевые настройки в нем будут заменены на новые.

Файл настроек создается с помощью специального диалога в программе "Хроматэк Навигатор":

В главном окне "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Настройка Ethernet/USB**.

1. Задайте настройки, выданные для хроматографа сетевым администратором вашего предприятия.
2. **Сохраните введенные параметры на USB-накопителе**.
3. Выберите USB-накопитель.
4. Нажмите **ОК**.
5. Следуйте появившейся инструкции:

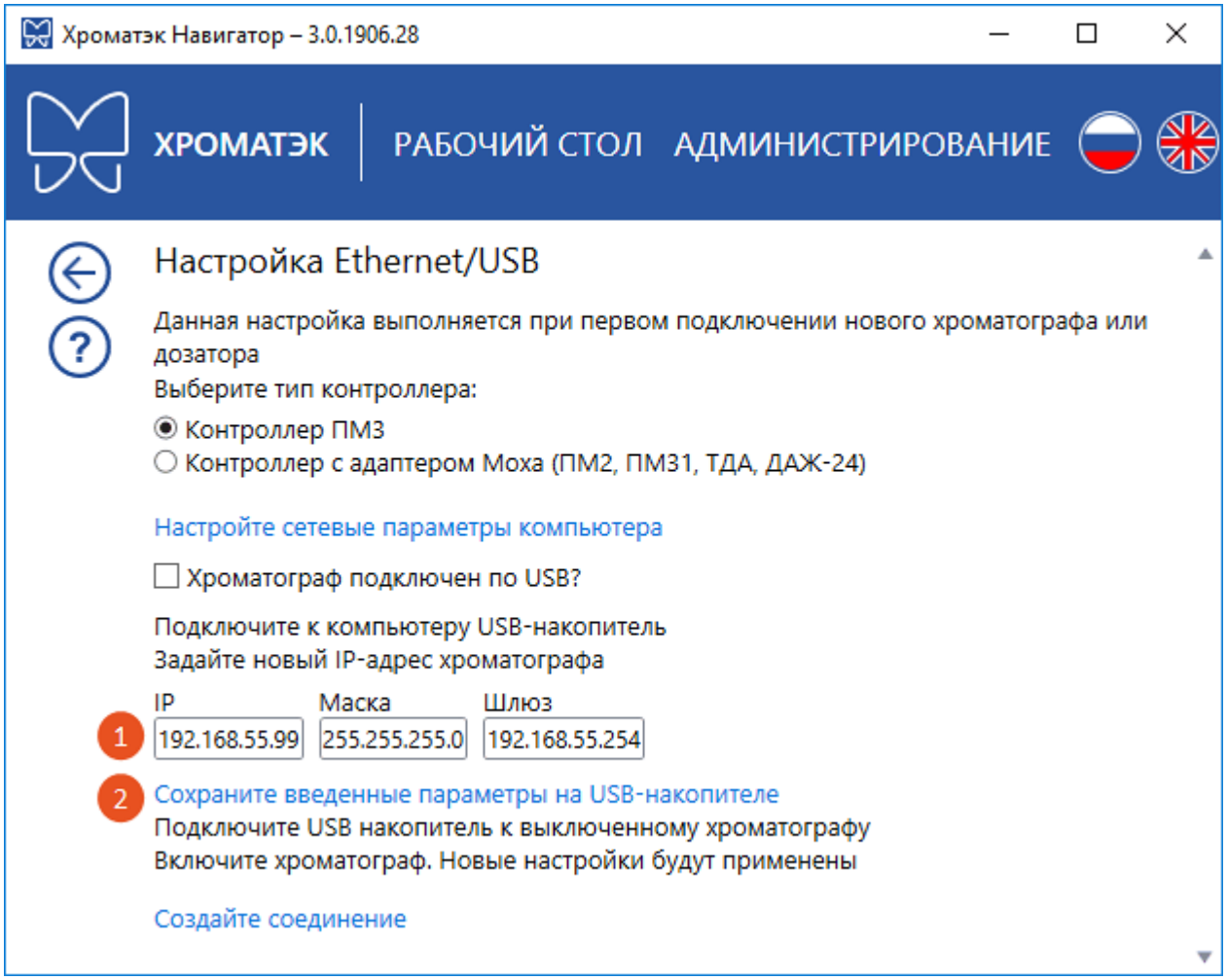


Рисунок 2.18 – Изменение сетевых настроек ПМ3

Подключите USB-накопитель к разъему **Firmware** на задней стенке хроматографа. Включите хроматограф. После его загрузки USB-накопитель можно отключить. Сетевые настройки будут перезаписаны.

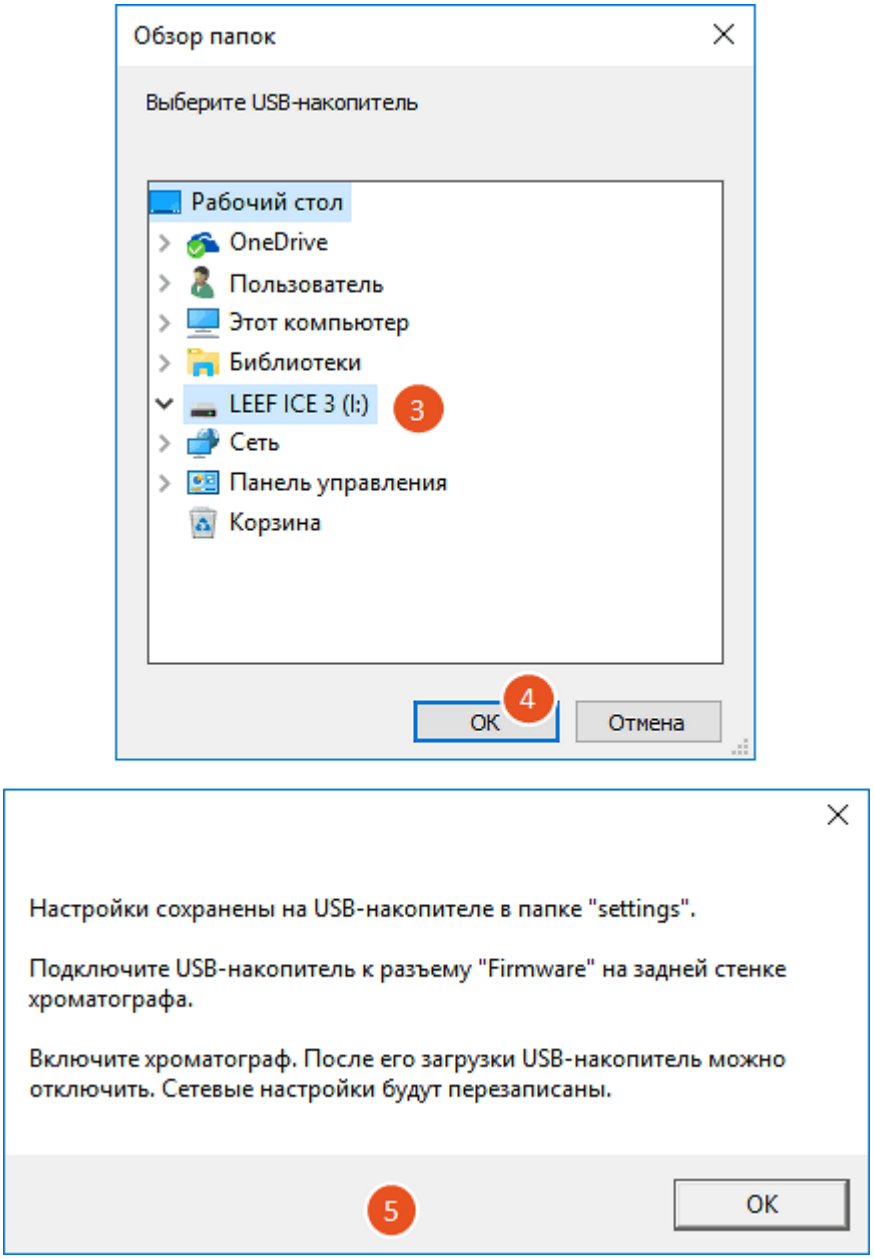


Рисунок 2.19 – Выбор USB-накопителя

2.4.3 Настройка адреса устройства с адаптером Моха

Adapter Моха NE-4110S устанавливается в приборы:

- Хроматографы с процессорным модулем ПМ2.
- Хроматографы с процессорным модулем ПМ31.
- Дозаторы ДАЖ-2М-24.
- Термодесорберы автоматические ТДА.

На заводе-изготовителе в конфигурационные настройки сетевого адаптера внесен IP-адрес **192.168.127.254**.

Для использования данного устройства в вашей локальной сети необходимо изменить IP-адрес. За получением нового IP-адреса обратитесь к сетевому администратору вашего предприятия.

В главном окне "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Настройка Ethernet/USB**.

1. Выберите **Контроллер с адаптером Моха (ПМ2, ПМ31, ТДА, ДАЖ-24)**.
2. Настройте сетевые параметры компьютера.
3. Выберите прибор из списка доступных (приборы должны быть включены).
4. Задайте новый IP-адрес прибора.
5. Нажмите **Применить**. Подтвердите применение.

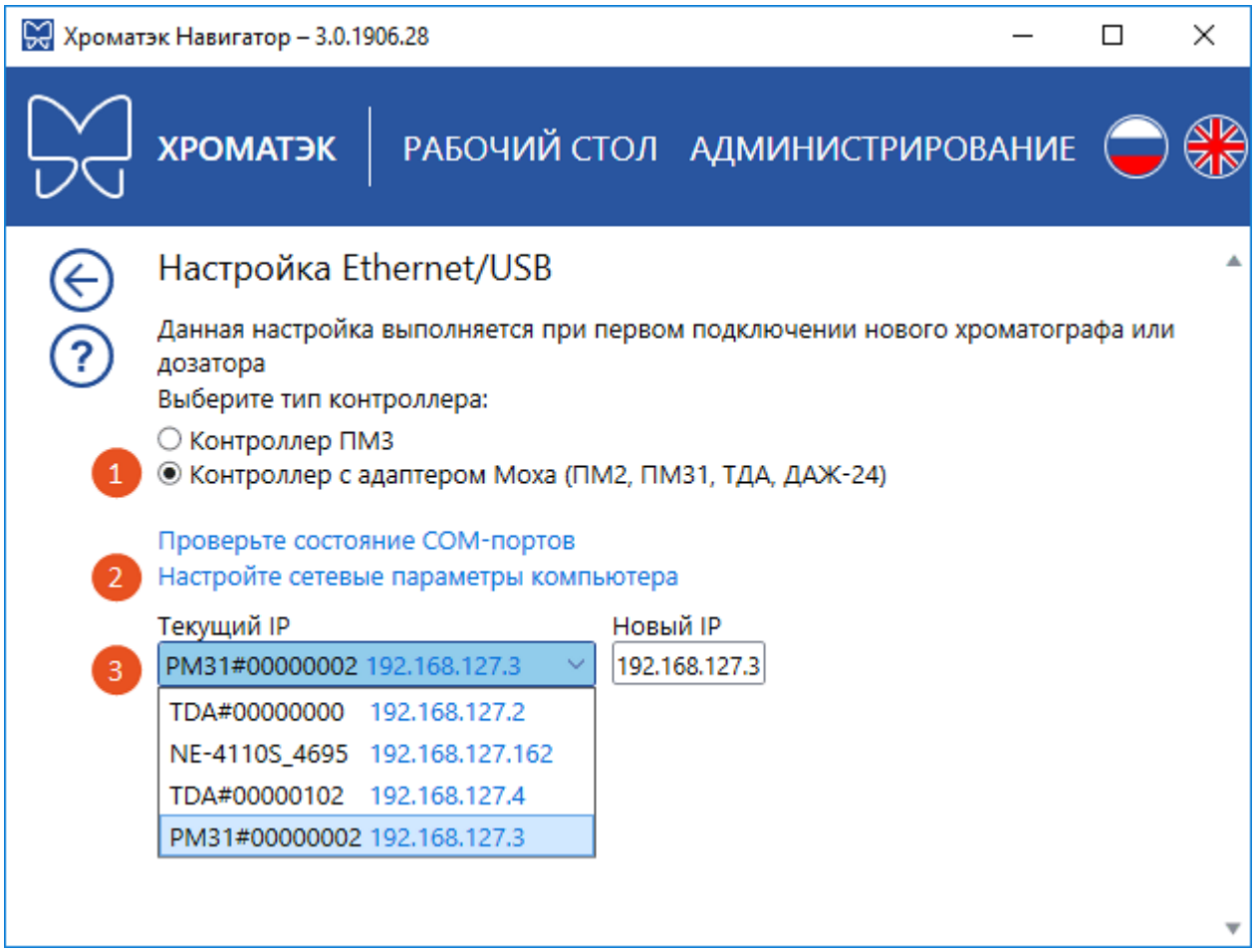


Рисунок 2.20 – Изменение сетевых настроек ПМ2

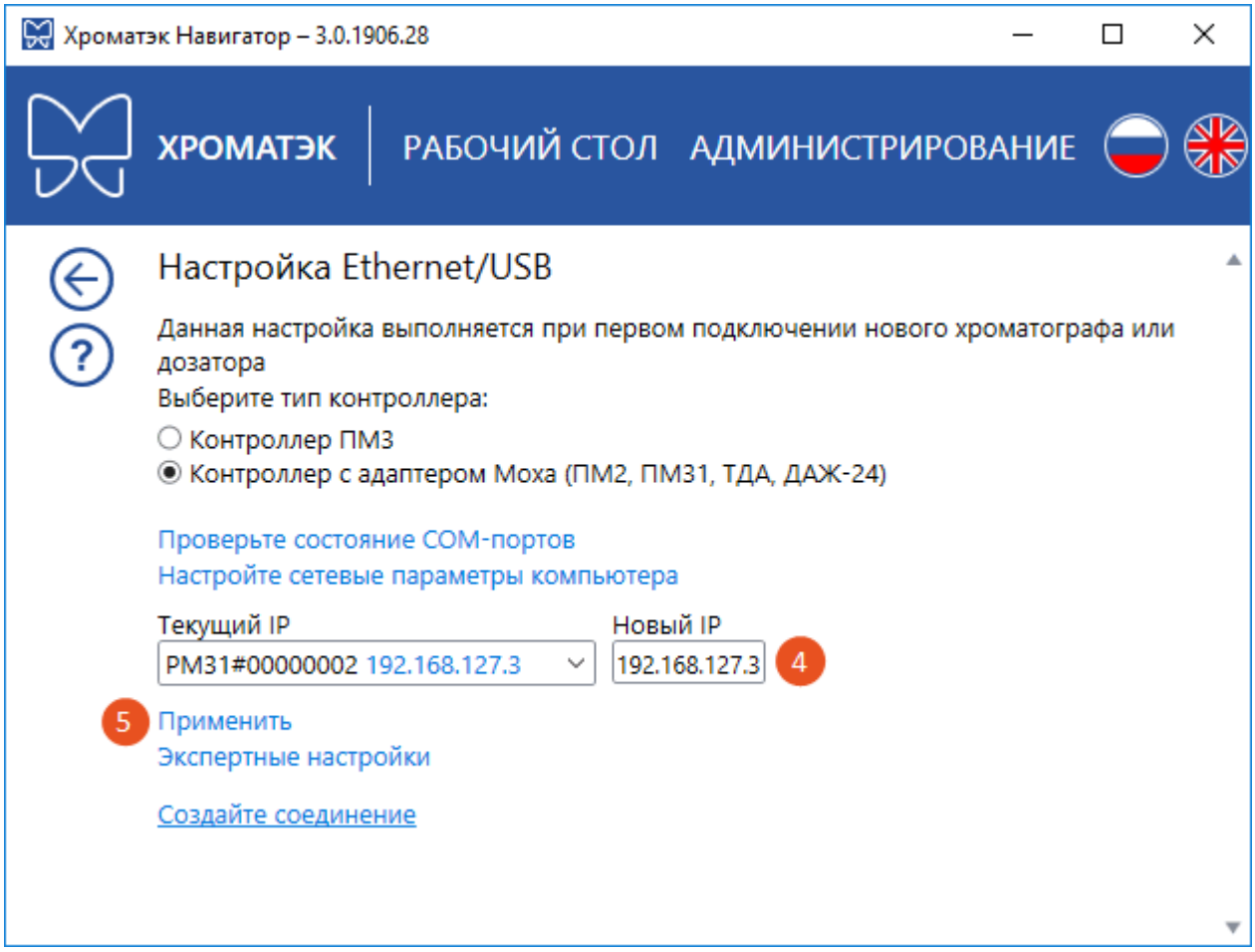


Рисунок 2.21 – Задание нового IP адреса ПМ2

Опытные пользователи и сетевые администраторы могут получить доступ к большему числу настроек сетевого адаптера. Для этого нужно нажать на ссылку **Экспертные настройки**.

2.5 Подключение по USB

Подключение по USB возможно только при работе с процессорным модулем ПМ2, при этом не рекомендуется использовать данный тип подключения из-за низкой надёжности.

При работе с **ПМ2** используется драйвер **USB2COM**, который создает виртуальный COM-порт.

В разделе **Выбор компонентов** программы установки "Хроматэк Аналитик" выберите (включите галочку) драйвер USB для вашего процессорного модуля.

Программа установки сама определит версию вашей операционной системы и установит нужный драйвер.

После включения хроматографа выполняется автоматическая настройка драйвера и в **Диспетчере устройств** Windows появляется новый элемент – **Chromatec PM2 (COM3)** (номер порта может быть другим).

В Windows XP настройка драйвера не может быть выполнена автоматически. Когда Windows обнаружит новое устройство, на экране появится диалог **Мастер нового оборудования**. В этом диалоге:

- Включите опцию **Нет, не в этот раз**.
- Нажмите **Далее**.

В следующем окне, не меняя настройки, нажмите **Далее**.

В следующем окне Windows предупреждает, что драйвер USB2COM не имеет цифровой подписи. Это не является проблемой. Нажмите **Все равно продолжить**.

После настройки драйвера в окне **Мастер нового оборудования** нажмите **Готово**.

2.6 Подключение ВЭЖХ

При работе с жидкостным хроматографом "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" необходимо связать в единый комплекс отдельные блоки ВЭЖХ, каждый из которых представляет собой автономное устройство. Запустите программу "Хроматэк Навигатор".

Нажмите на кнопку **Конфигуратор ВЭЖХ**.

Нажмите на кнопку **Добавить** и в появившемся списке выберите компонент жидкостного хроматографа.

Задайте IP-адреса или COM-порты добавленных устройств и сохраните конфигурацию.

Нажмите на кнопку **Подключиться**. Далее следует запустить "Панель управления" и настроить соединение с жидкостным хроматографом.

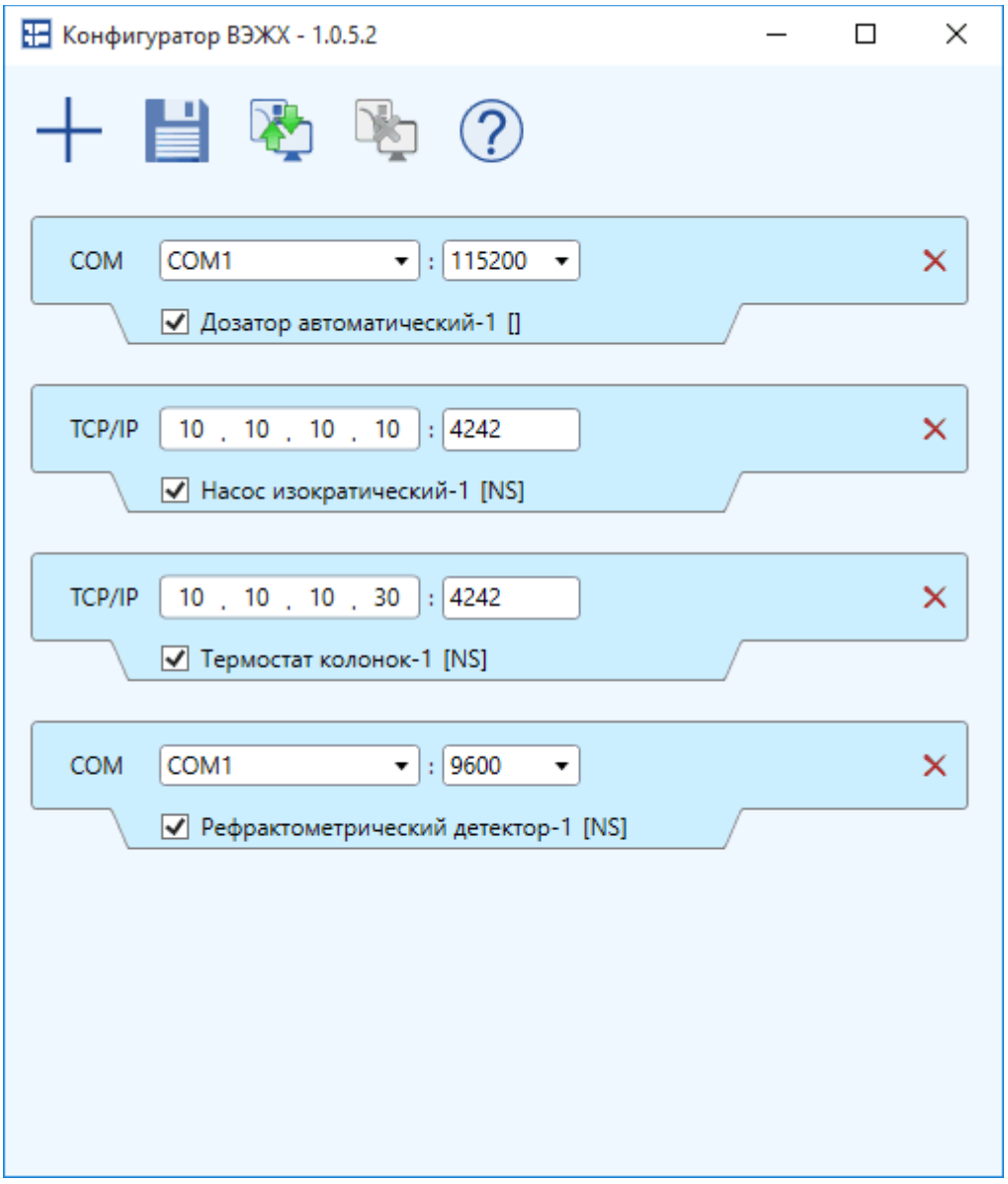


Рисунок 2.22 – Конфигуратор ВЭЖХ

2.7 Создание соединения

 Запустите программу "Хроматэк Навигатор".

 В главном окне "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку Поиск приборов.

Откроется страница со списком обнаруженных приборов.

Программа не ограничивает количество соединений, как с одним и тем же хроматографом, так и с различными.

2.7.1 Автоматический поиск приборов

"Панель управления" выполняет поиск приборов по всем подсетям компьютера.

Для найденных приборов:

1. Отметьте приборы, для которых следует создать соединение.
2. Нажмите на кнопку – **Создать соединение для выбранных приборов**.

2.7.2 Добавление соединения вручную

Если прибор не найден, соединение с ним следует настроить вручную.

 Для этого нажмите на кнопку – **Закрыть страницу поиска приборов**. Откроется страница настройки параметров соединения.

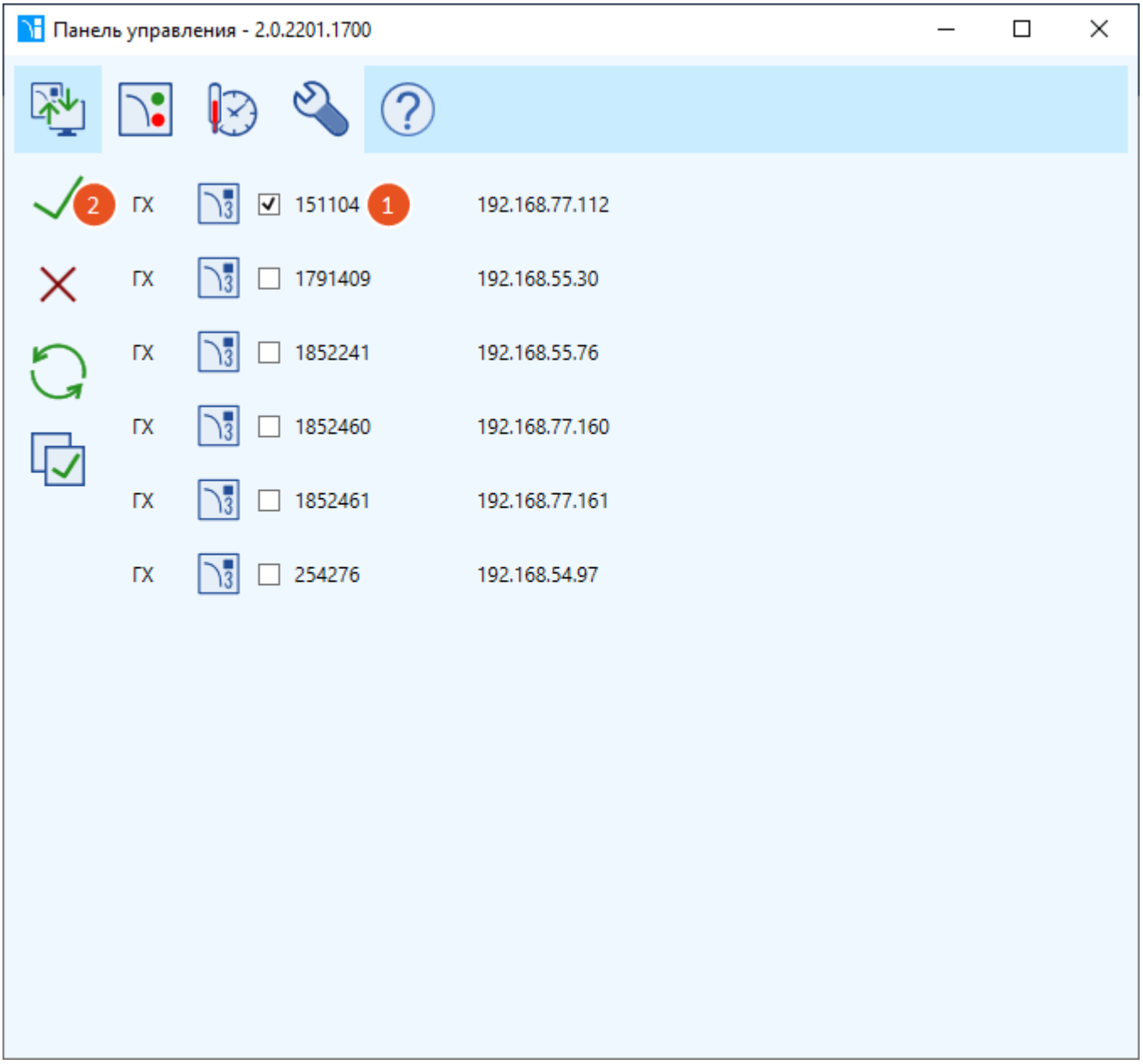


Рисунок 2.23 – Найденные приборы

2.7.3 Настройка параметров соединения

После добавления нового соединения (автоматическим поиском или вручную) откроется страница настройки параметров соединения.

1. Выберите **тип панели**. Данный параметр зависит от версии процессорного модуля хроматографа. Если прибор был найден автоматически, тип панели выбирается так же автоматически.
2. В поле **Соединение** задайте название соединения. Если прибор был найден автоматически, в качестве названия по умолчанию задан его серийный номер.

Если хроматограф сконфигурирован для проведения нескольких видов анализов в разных режимах, удобнее всего для каждого такого анализа создать отдельное соединение с уникальным названием. например – **Компонентный состав газа**, **Сера в газе** и т.п.

3. Задайте адрес хроматографа. Если прибор был найден автоматически, этот параметр уже будет задан.
4. Если прибор добавлен вручную, задайте его порт. Для **ПМ3** порт – **2010**. Для **ПМ2** – **4001**.

Если в состав комплекса входит масс-спектрометрический детектор, выполните пункты 5-7:

5. Включите галочку **МСД**.
6. Для выбора МСД нажмите на кнопку **Поиск**.
7. Выберите МСД по его заводскому номеру.

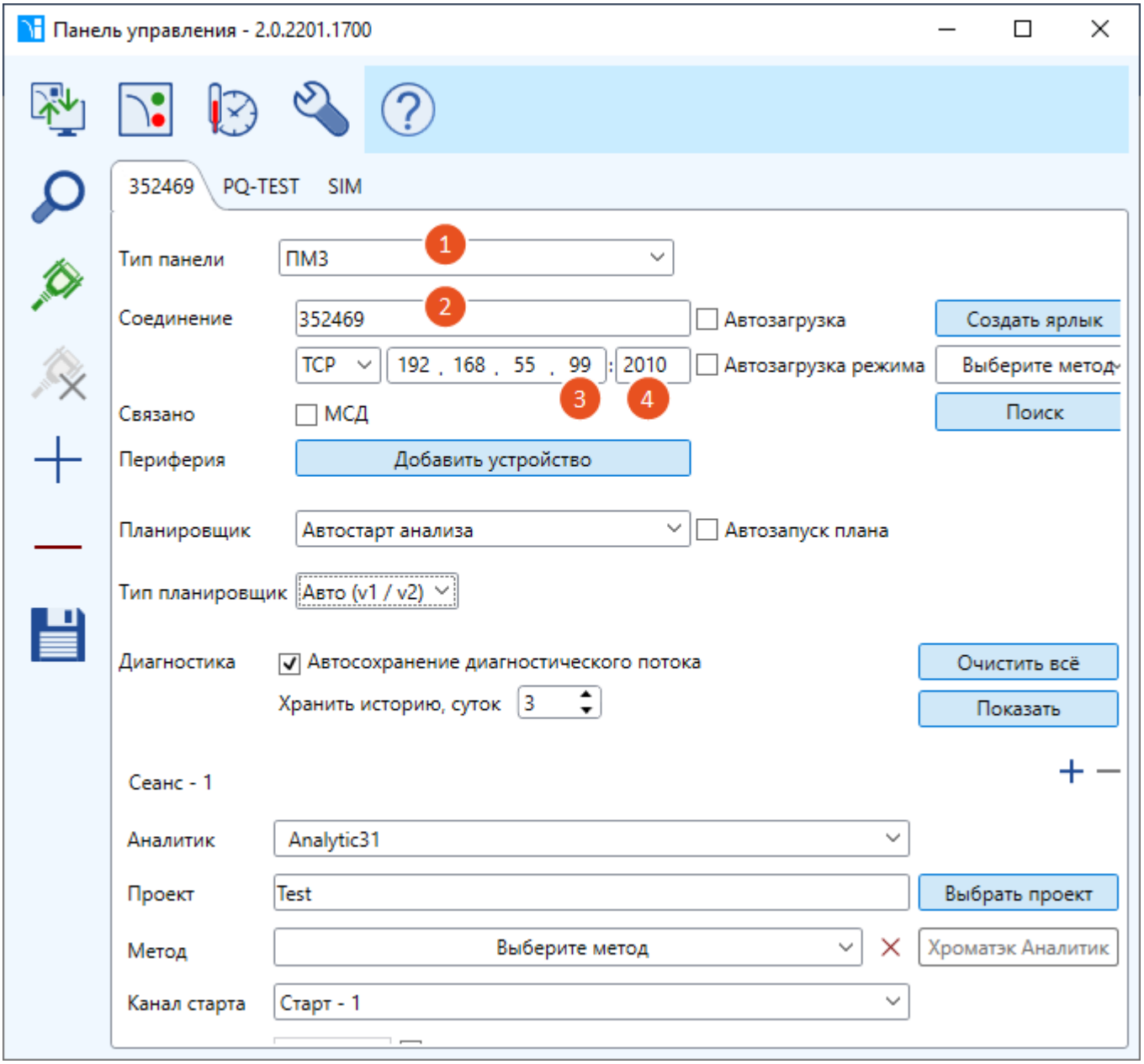


Рисунок 2.24 – Новое соединение

Если в состав комплекса входит автоматический дозатор СКБ "Хроматэк" для параметра **Планировщик** выберите – **Автостарт анализа**. При использовании дозатора другого производителя выберите – **Ожидание старта**.

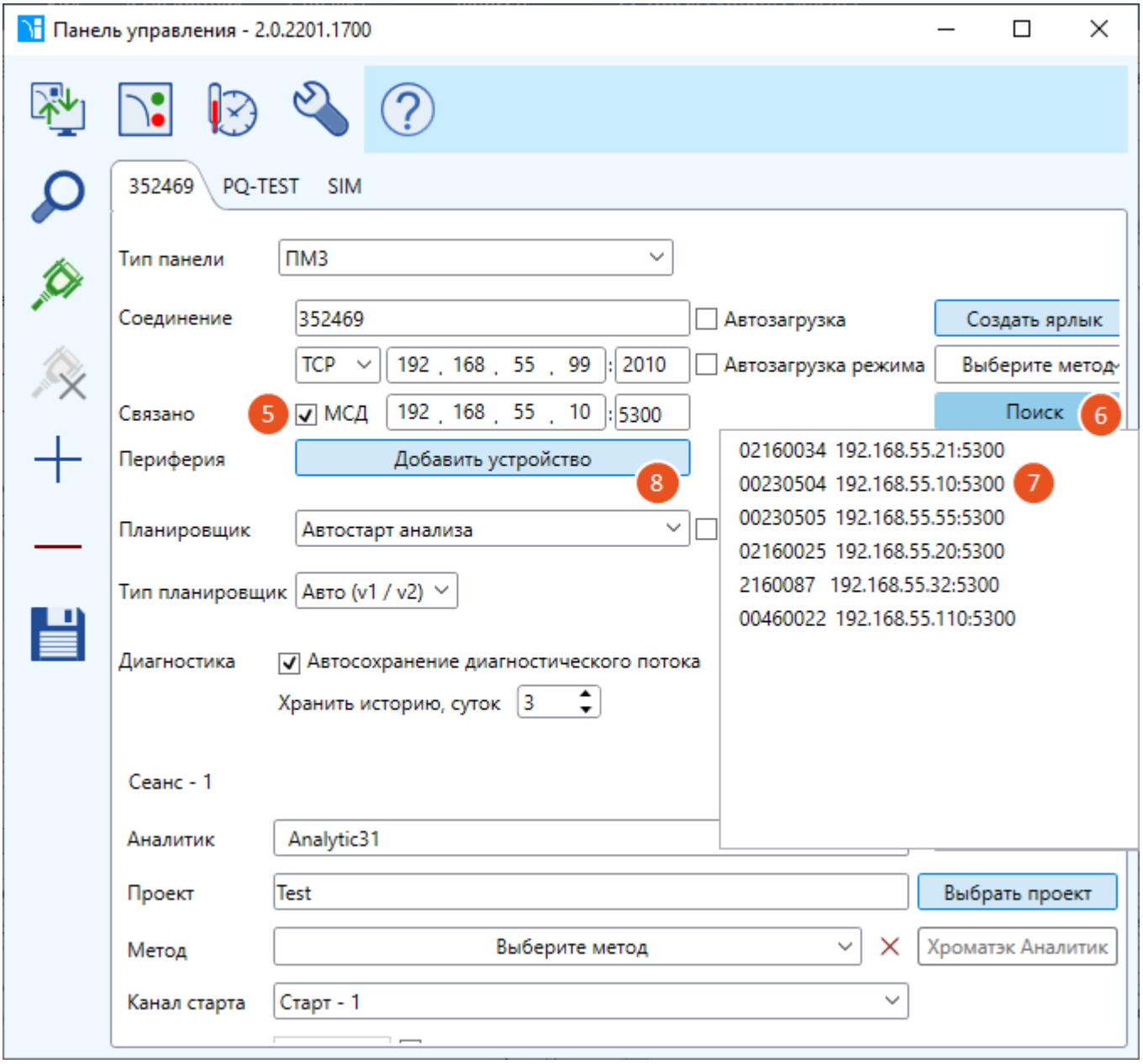


Рисунок 2.25 – Новое соединение. Добавление МСД

8. Если хроматограф работает с дозаторами, подключенными по интерфейсу **Ethernet**, нажмите на кнопку **Добавить устройство**.
9. Нажмите **Поиск**.
10. Выберите нужное устройство из списка найденных.

Поскольку дозаторы "Хроматэк", подключаемые по Ethernet, используют адаптер Моха, который так же устанавливается в некоторые хроматографы, то в этом списке отображаются все устройства с этим адаптером. Для каждого выводится информация о типе. Например, "TDA" означает, что это термодесорбер автоматический.

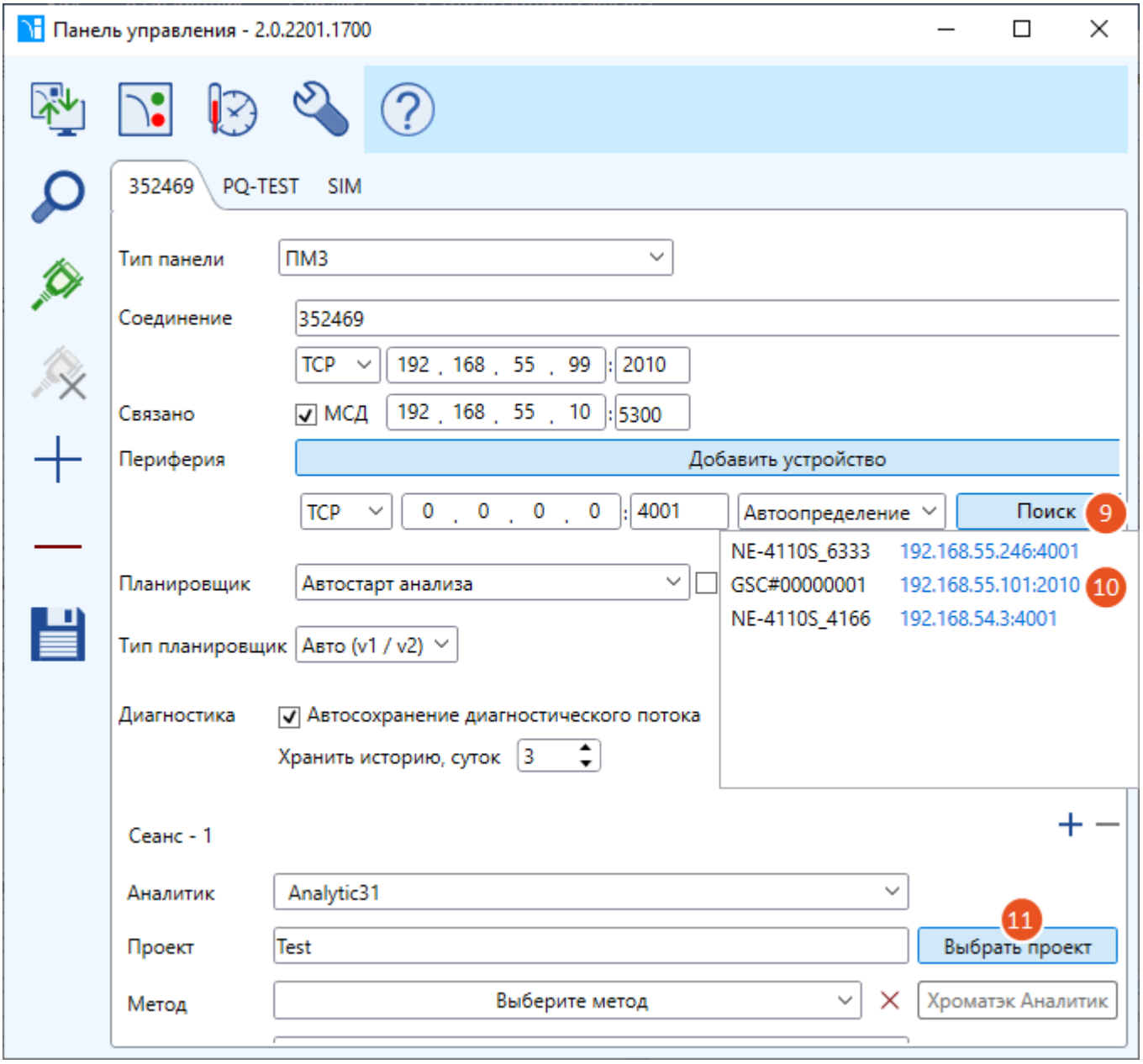


Рисунок 2.26 – Новое соединение. Добавление периферии, подключенной по Ethernet

11. Нажмите – **Выбрать проект**. В "Хроматэк Аналитик 3.x" **проект** представляет собой папку с файлами, где хранятся хроматограммы и методы. Дополнительную информацию о расположении хроматограмм и методов см. в разделе Управление данными пользователя.
12. Нажмите – Создать проект.
13. Введите название проекта. Название можно задать любое. Если для каждого своего соединения вы создаете только один проект, можете ввести здесь название соединения. После ввода названия нажмите **ENTER** на клавиатуре. Если хотите изменить введенное название, щелкните на нем **правой кнопкой мыши**.
14. Нажмите – **Открыть**.

Вы можете создавать вложенные проекты. Это позволит организовать доступ к данным более удобно при большом количестве проектов. Для создания вложенного проекта нажмите кнопку – **Создать подпроект**.

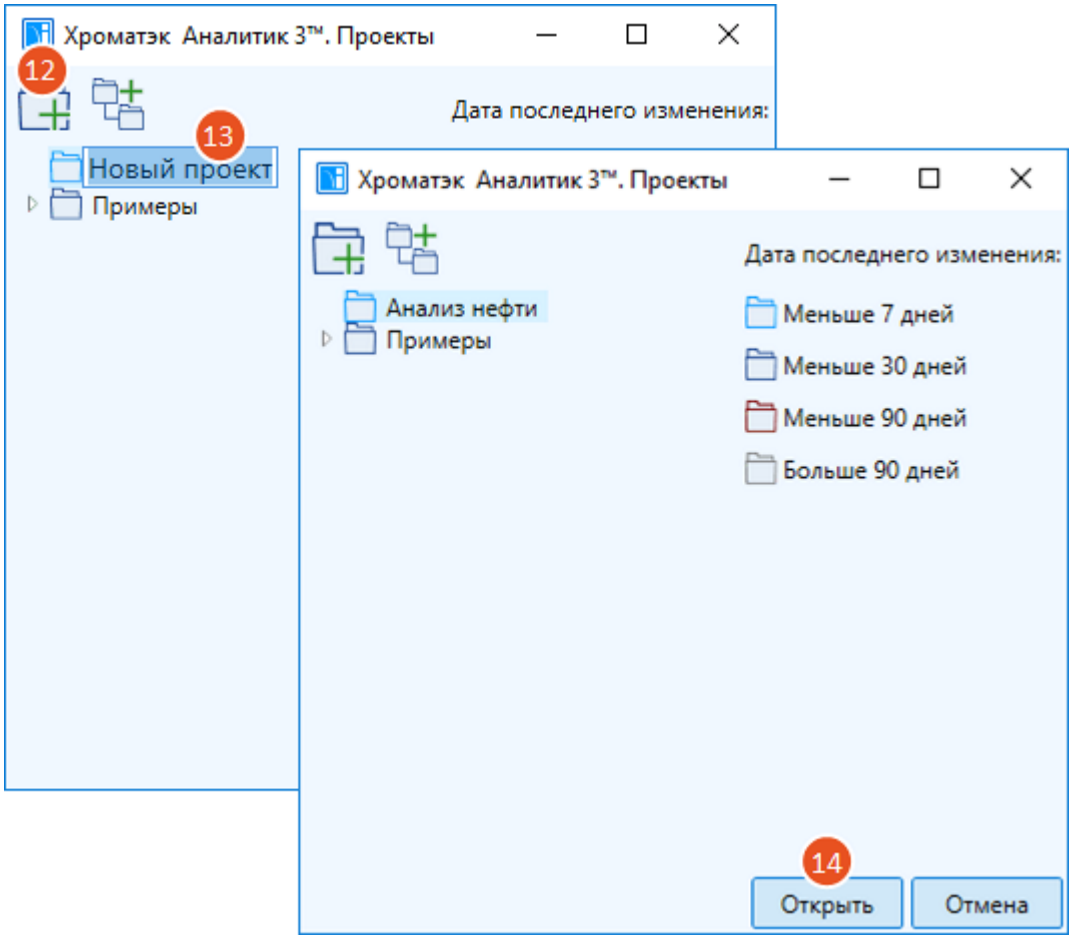


Рисунок 2.27 – Новое соединение. Создание проекта

После закрытия окна "Проекты" нажмите на кнопку **Подключиться к прибору**.

Соединение настраивается один раз. В дальнейшей работе вы будете запускать соединение с помощью ярлыка на рабочем столе.

Вы можете добавить неограниченное число соединений. Несколько соединений с одним и тем же прибором позволяют организовать удобную работу с несколькими конфигурациями и аналитическими задачами на одном хроматографе.

Если на вашем хроматографе необходимо проводить два независимых анализа одновременно (вводить пробу в две колонки независимо друг от друга), необходимо добавить второй сеанс и настроить его параметры.

2.7.4 Автоматизация работы

- Для того, чтобы соединение с хроматографом запускалось автоматически при загрузке Windows, включите галочку **Автозагрузка**.
- Если необходимо при запуске соединения автоматически загружать режим хроматографа, включите галочку **Автозагрузка режима** и выберите метод (из этого метода и будет загружен режим хроматографа). Режим для хроматографа с процессорным модулем ПМ3 можно загружать автоматически еще до включения компьютера. Подробнее см. раздел – Настройка конфигурации.
- Если необходимо при запуске соединения автоматически запустить на выполнения заданную последовательность анализов, включите галочку **Автозапуск плана**.
- Если вы хотите, чтобы после запуска соединения и "Хроматэк Аналитик" метод обработки для очередных хроматограмм был выбран автоматически, укажите его в настройках сеанса.

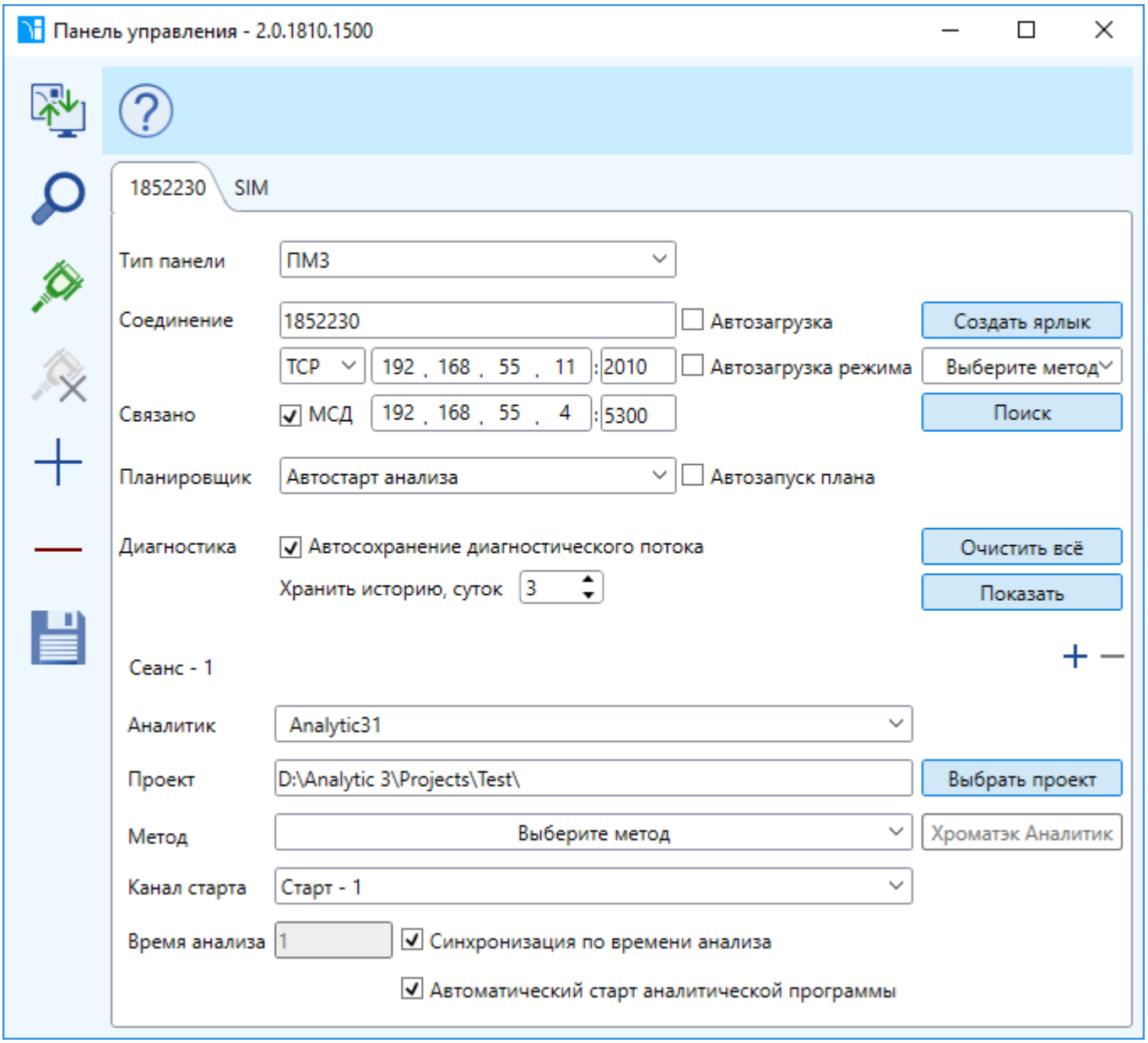


Рисунок 2.28 – Новое соединение. Автоматизация

2.8 Настройки для независимых каналов

Иногда возникает необходимость проводить на хроматографе два независимых анализа одновременно. Если перед вами такой задачи не стоит, данный раздел справки можно опустить.

Для одновременной записи двух анализов на одном хроматографе нужно создать два сеанса.

Сеанс – блок настроек соединения, определяющий:

- по какому каналу старта (СТАРТ-1 или СТАРТ-2) начнется запись хроматограммы;
- в каком проекте она будет сохранена;
- будет ли длительность записи хроматограммы синхронизирована с временем анализа;
- какие именно данные (сигналы детекторов и диагностические) будут записаны.

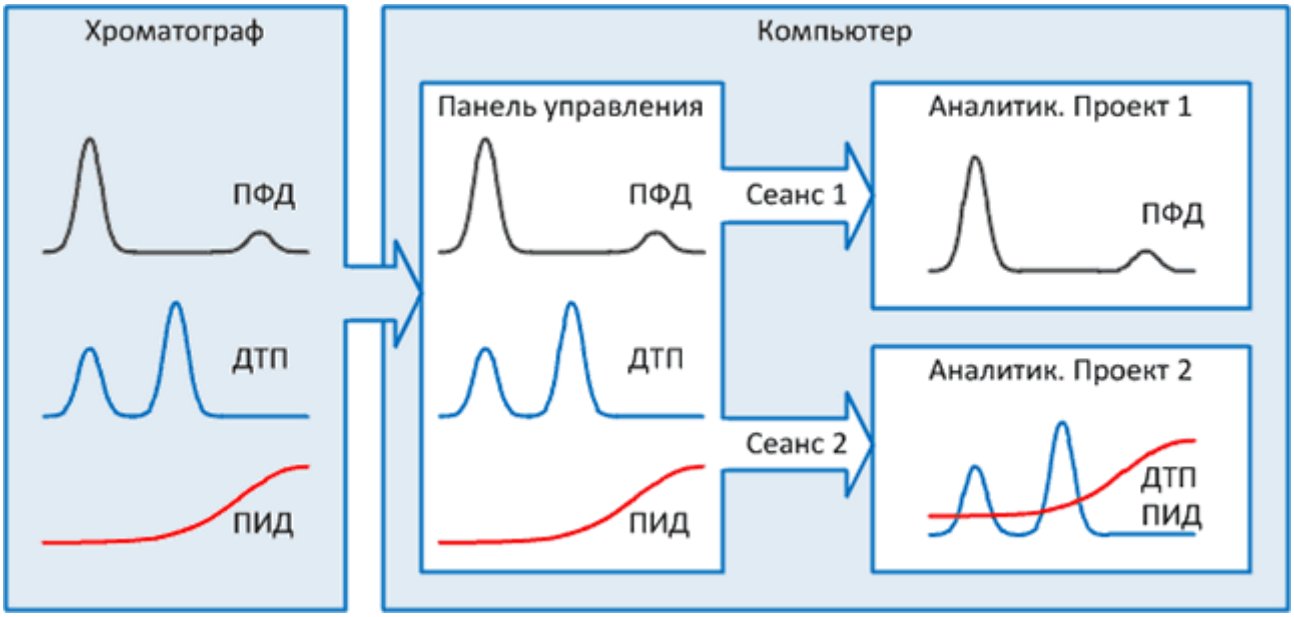


Рисунок 2.29 – Сеансы

В соединении всегда присутствует минимум один сеанс. Пользователь может добавить дополнительные сеансы.

Для добавления второго сеанса в "Панели управления":


Перейдите в диалог **Соединения**.


Нажмите **Отключить**, чтобы иметь возможность изменить настройки соединения.

1. Далее перейдите на закладку интересующего соединения.
2. Нажмите кнопку – **Добавить сеанс**.
3. Перейдите в добавленный сеанс.
4. Выберите проект или создайте новый.
5. Укажите канал старта для данного сеанса.

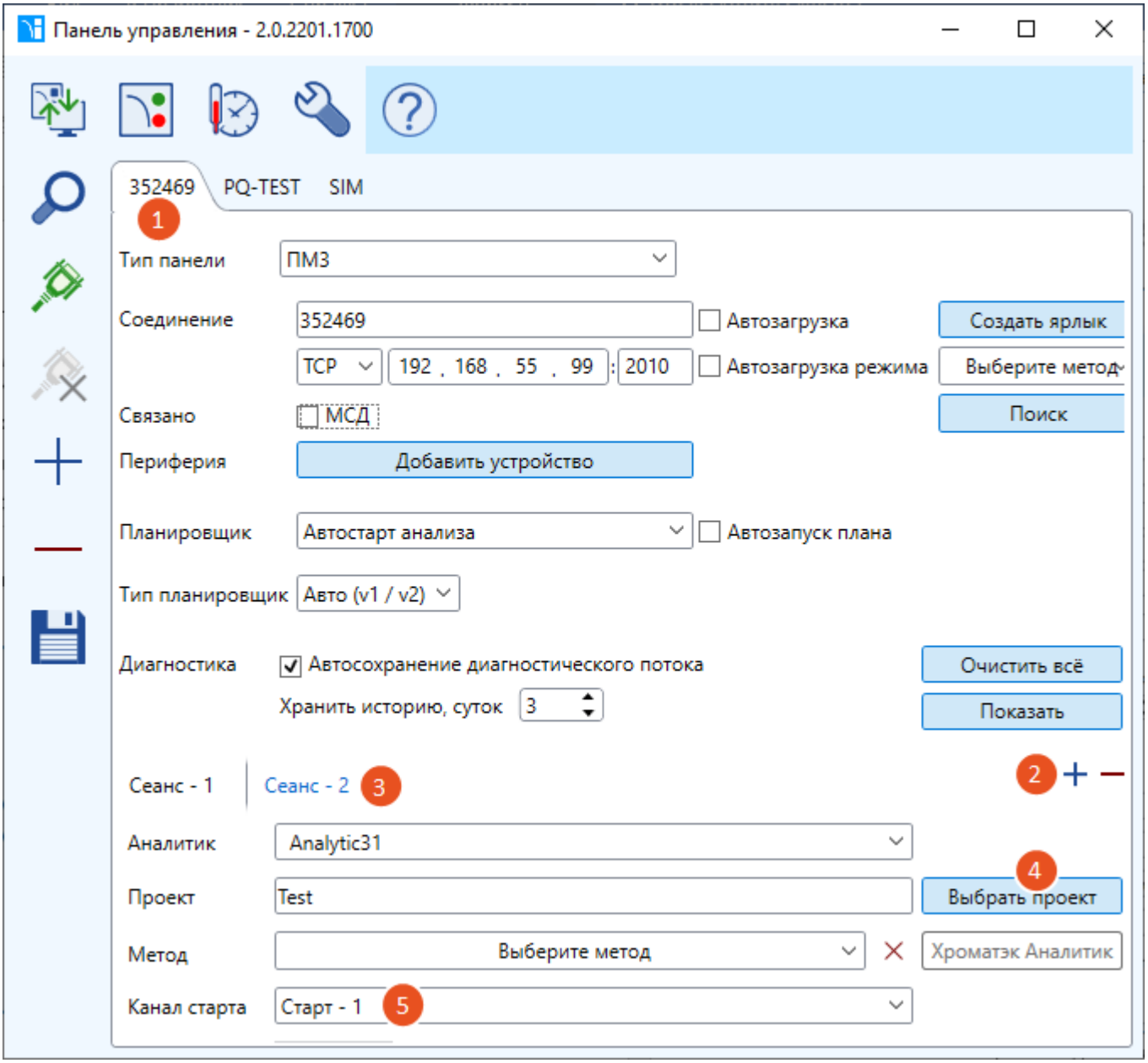


Рисунок 2.30 – Добавление и настройка сеанса

После настройки параметров сеанса, нажмите **Подключить**. Теперь при нажатии на хроматографе кнопок **СТАРТ-1** и **СТАРТ-2** будут запускаться независимые анализы, которые могут выполняться одновременно.

3 УПРАВЛЕНИЕ ПРИБОРАМИ


Для управления хроматографами и другим аналитическим оборудованием СКБ "Хроматэк" используется программа "Панель управления".

Функции "Панели управления":

- Настройка конфигурации оборудования.
- Задание режима работы приборов.
- Контроль состояния приборов.
- Диагностика неисправностей.
- Планирование работ по техническому обслуживанию.
- Автоматизированный сбор хроматографической, масс-спектрометрической и диагностической информации.
- Выполнение серий анализов с гибкими настройками времени и условий выполнения каждого анализа с автоматической обработкой и выдачей результатов, как с участием, так и без участия оператора.


Для запуска "Панели управления" нажмите на кнопку соединения на рабочем столе "Хроматэк Навигатор".


Интерфейс "Панели управления" меняется динамически в зависимости от входящих в его состав устройств и их взаимосвязей. Для разных моделей хроматографов и другого аналитического оборудования списки внутренних и внешних устройств, входящих в состав комплекса, различны. Однако, несмотря на различия в конфигурации, основные элементы пользовательского интерфейса одинаковы для всех приборов. В этом основное визуальное отличие данной версии "Панели управления" (2.0) от предшествующей (1.4).

В верхней части окна расположены кнопки:


Соединения. На данной странице настраиваются параметры соединения с хроматографом, выбирается проект (папка для сохранения хроматограмм), настраиваются параметры автоматизации.


Состояние. На данной странице выводится разнообразная информация о текущем состоянии хроматографа, настраивается журнал регламентных работ.


Режим. На данной странице задается режим хроматографа и масс-спектрометрического детектора (при его наличии) – инструментальный метод.


Конфигурация. На данной странице настраиваются параметры, определяющие индивидуальные особенности каждого хроматографа.


Планировщик. На данной странице пользователь может настроить последовательности выполнения анализов в автоматическом или полуавтоматическом режиме.

Так выглядит кнопка перехода на страницу "Планировщика", если к прибору подключен автоматический дозатор ДАЖ-2М.

На боковой панели страницы **Состояние** расположены кнопки:



Остановка. Переход на страницу завершения работы, где вы можете включить охлаждение хроматографа, запустить процедуру остановки МСД или насоса ВЭЖХ, перейти в спящий режим.



Поджиг. Кнопка используется для принудительного поджига пламени детекторов ПИД. ТИД, ПФД. При нажатии на эту кнопку на свечи детекторов в течение 5 секунд подается напряжение.



Старт анализа. Кнопка используется для выполнения предстарта и старта анализа и дублирует соответствующую кнопку хроматографа.



Останов анализа. Эта кнопка видна только на этапе "Анализ". При нажатии на эту кнопку хроматограф прерывает анализ и переходит на следующий этап ("Продувка" или "Подготовка" в зависимости от текущего режима).



Изменить время анализа. Эта кнопка позволяет изменить время текущего анализа, если оно было задано ошибочно. Обычно её используют для увеличения времени анализа, если по записываемой хроматограмме видно, что еще не все интересующие компоненты детектированы, а анализ уже подходит к концу. Новое значение времени будет применено и для последующих анализов, если оператор не задаст иной режим.



При работе с масс-спектрометрическим детектором дополнительно появляется кнопка, открывающая меню с командами настройки и диагностики МСД:

- **Настройка автоматическая**. Проведение настройки МСД по одному из предустановленных алгоритмов.
- **Диагностика**. Проведение диагностики МСД.
- **Открыть программу настройки**. Запускает программу МСД-Настройка для проведения сервисных операций и выполнения расширенной диагностики. Используется сервис-инженерами.
- **Выбор катода**. Переключение с одного катода на другой, например, при перегорании одного из них.



Если масс-спектрометрический детектор оборудован устройством прямого ввода, появляется кнопка **Откачка шлюза прямого ввода**.

При работе с жидкостным хроматографом "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" дополнительно появляются кнопки:



Промывка системы элюентом. Насос ВЭЖХ увеличивает производительность. Отключается промывка кнопкой остановки насоса. При нажатии на эту кнопку хроматограф переходит на этап "Анализ".



Запуск внутренней самодиагностики ВЭЖХ. Результат будет выведен на закладке Диагностика.

3.1 Этапы работы хроматографов

Инициализация. Этап, наступающий сразу после включения питания хроматографа. На этом этапе выполняется тестирование памяти, микропрограмм хроматографа и подготовка к работе. Этап используется только для хроматографов с процессорным модулем ПМ2.

Нулевой. Начальный этап работы хроматографа, наступает сразу после инициализации. Все устройства выключены. Прибор готов к приему команд с клавиатуры или компьютера.

Подготовка. Этап, на котором происходит установка заданных значений параметров режима хроматографа.

В случае, если активизирован режим предстарта, значения некоторых параметров могут быть не равны заданным (например, расход газа по каналу сброса пробы в режиме без деления потока).

Поджиг. На этом этапе выполняется поджиг пламенных детекторов.

Ожидание. Данный этап наступает после этапа "Подготовка", если выполнено какое-либо из условий предстарта. Кроме того, данный этап наступает, если в режиме хроматографа задано ненулевое время ожидания.

Готовность. Этап, на котором все параметры режима хроматографа соответствуют заданным для предстартового состояния. Хроматограф готов к началу анализа.

Анализ. Этап, наступающий при выполнении старта по какому-либо из каналов хроматографа. На данном этапе происходит выполнение режима хроматографа и программ его изменения (программирование температур, расходов газов и т.п.) в соответствии с заданной методикой.

Анализ может быть остановлен принудительно (так же с помощью кнопки СТАРТ/СТОП).

Продувка. Программирование температуры термостата колонок после анализа.

Охлаждение. Этап завершения работы.

Сон. Прибор переводится в режим пониженного энергопотребления и в заданное оператором время "пробуждается" отрабатывая режим, заданный для автозагрузки.

Для визуальной индикации текущего этапа используется фон переключателей диалоговых страниц "Панели управления":

Голубой "Нулевой", "Охлаждение".

Оранжевый "Подготовка", "Поджиг", "Продувка".

Зеленый "Готовность", "Ожидание".

Синий "Анализ".

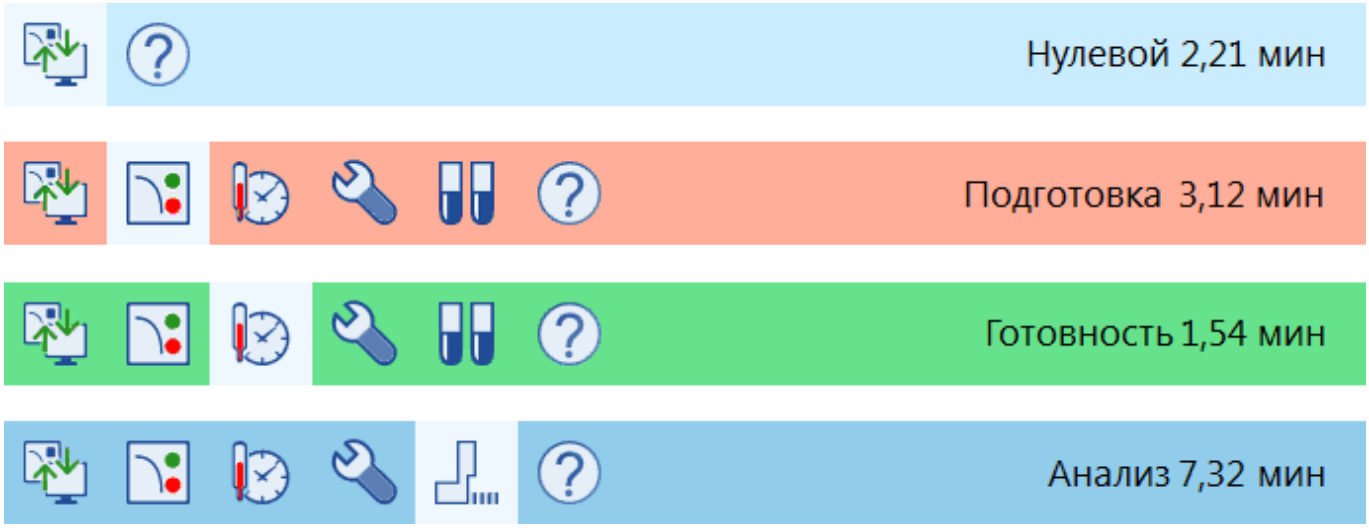


Рисунок 3.1 – Отображение этапов работы хроматографа

Предстарт

Предстарт применяется, когда значение параметра режима (расход газа по каналу сброса пробы) или состояние внутреннего устройства (кран-переключатель или клапан) на этапе "Подготовка" и непосредственно перед началом анализа отличаются.

Предстарт представляет собой посылку хроматографу команды "Старт анализа" без ввода пробы.

Предстарт по газам

Предстарт используется, если у испарителей и кранов-дозаторов для сбросного газа задано более одной ступени программирования расхода.

Предстарт по крану (клапану)

В диалоге **Режим** включите галочку **Предстарт** для соответствующего устройства.

Когда все параметры хроматографа приходят в допуск, он переходит на этап "Ожидание".

При выполнении предстарта оператором или автоматическим дозирующим устройством прибор переходит на этап "Подготовка".

Далее, как только все переходные процессы стабилизируются, прибор переходит на этап "Готовность".

Теперь можно ввести пробу и выполнить "Старт анализа".

Предстарт по термостату колонок

Этот вид предстарта актуален только для хроматографов с процессорным модулем ПМЗ и применяется при работе с колонками **Lowox**.

В диалоге Конфигурация включите галочку **Предстарт** для соответствующего устройства.

При передаче режима хроматографу он начинает отрабатывать последнюю ступень температурной программы.

Поджиг пламени детекторов ПИД, ТИД, ПФД

Переход на этап "Поджиг" происходит с этапа "Подготовка" при выполнении следующих условий:

- В канале присутствует хотя бы один из пламенных детекторов (ПИД, ТИД, ПФД).
- Фон хотя бы одного из пламенных детекторов ниже заданного порога в течение 10 секунд.
- В канале есть ТИД, и температура всех детекторов канала достигла заданной в режиме.
- В канале нет ТИД в температура всех детекторов канала достигла 150 °С (включительно).
- В момент передачи режима самая низкая из температур детекторов данного канала была выше 80 °С (включительно).
- В момент передачи режима самая низкая из температур детекторов данного канала была ниже 80 °С (включительно), но прошло 10 минут с момента достижения самой низкой из температур значения 80 °С (включительно).

Измерение фона и определение наличия пламени методом, традиционным для ПИД и ТИД не выполняется по причине возможного переменного темнового фона фотоумножителя, который затрудняет однозначное определение наличия пламени.

Алгоритм поджига пламени для ПИД и ТИД:

- Измеряется выходной сигнал детекторов.
- Формируется заданный в конфигурации расход воздуха и водорода для каждого детектора данного канала.
- Нагреваются спирали поджига детекторов данного канала в течении 8 секунд.
- Отключаются спирали поджига.
- Контролируется наличие пламени по увеличению фона детектора.
- В случае успеха поджига формируются заданные в режиме расходы газов для детекторов.

Если приращение выходного сигнала детектора больше приращения порогового значения, задаваемого в меню, то поджиг осуществлен, если нет – производится повторная попытка поджига при расходе водорода большем на величину приращения водорода. Таким образом хроматограф производит семь попыток поджига, по истечении которых при отсутствии пламени устанавливается этап "Нулевой" и выводится сообщение "Невозможно выполнить поджиг"

Алгоритм поджига пламени для ПФД:

В отличие от алгоритма поджига для ПИД и ТИД здесь хроматограф не следит за пламенем постоянно, а выполняет периодическую проверку его наличия. Программа считает, что при переходе с этапа "Нулевой" на этап "Подготовка" пламя не горит и поджиг должен быть выполнен в любом случае. Измерение фона в этот момент не выполняется.

- Формируется заданный в конфигурации расход воздуха и водорода.
- Нагреваются спирали поджига детекторов данного канала в течении 8 секунд.
- Отключаются спирали поджига.
- Формируются заданные в режиме расходы газов для детекторов.
- Через 10 секунд после выхода расходов воздуха и водорода на заданный режим, измеряется выходной сигнал детектора.
- Расход воздуха увеличивается на 20 мл/мин относительно значения в режиме (например, при заданном расходе 40 мл/мин, будет установлено значение 60 мл/мин).
- Через 5 секунд измеряется выходной сигнал детектора.

- Если сигнал превысил заданное в конфигурации значение порога, считается, что пламя горит. Расходы газов устанавливаются в соответствии с заданными в режиме значениями.
- В противном случае увеличивается расход воздуха на величину, заданную в конфигурации, и попытка поджига повторяется.

Может быть выполнено семь попыток поджига, по истечении которых при отсутствии пламени устанавливается этап "Нулевой" и выводится сообщение "Невозможно выполнить поджиг".



Хроматограф может быть переведен на этап поджиг принудительно. Для этого нажмите на кнопку **Ручной поджиг**.

3.2 Конфигурация проборов. Общие сведения

Конфигурация прибора настраивается на заводе изготовителе и, как правило, в дальнейшем не меняется.

Редактировать конфигурационные параметры могут только опытные пользователи, которые отдают себе отчёт, что и зачем они собираются менять.

Начинающие пользователи могут менять конфигурацию прибора под руководством специалиста СКБ "Хроматэк" (например, консультирующего по телефону) в случае, если в этом возникает необходимость.

Экспертные настройки конфигурации может менять только сотрудник СКБ "Хроматэк" или сертифицированный сервис-инженер.



В "Панели управления" нажмите кнопку **Конфигурация** для перехода на соответствующую страницу.

Параметры конфигурации зависят от модели хроматографа:

Хроматограф газовый с процессорным модулем ПМ3

Хроматограф газовый с процессорным модулем ПМ2

Хроматограф жидкостный



После настройки сохраните конфигурацию.

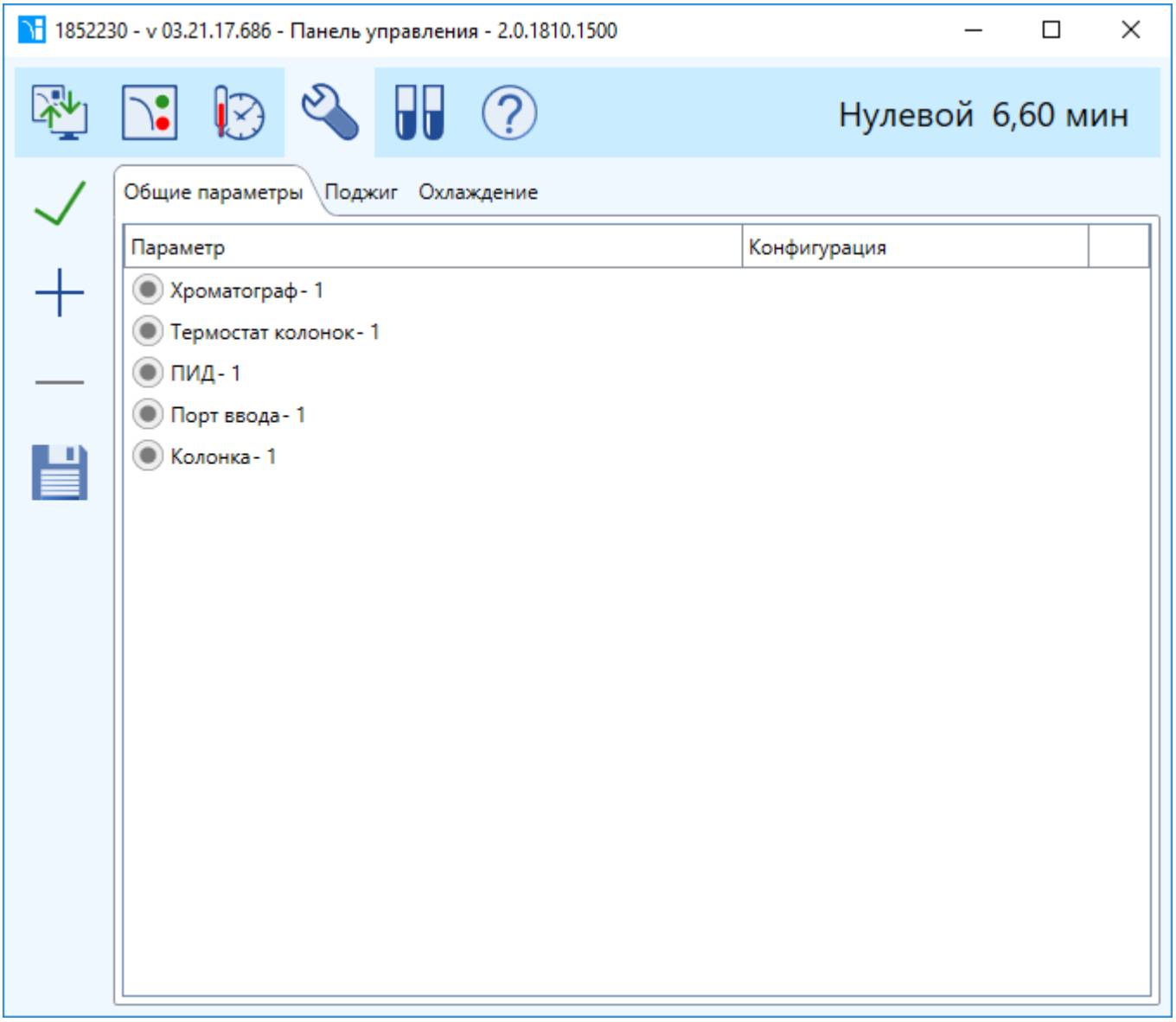


Рисунок 3.2 – Страница настройки конфигурации

Если конфигурация хроматографа с процессорным модулем ПМ3 не сохраняется, наиболее вероятная причина – повреждение карты памяти.

3.3 Конфигурация ГХ (ПМЗ)

3.3.1 Параметры хроматографа

Раскройте группу параметров **Хроматограф**.

IP-адрес. Может быть изменен в данном диалоге, после чего потребуется изменить соответствующую настройку соединения. Обычно IP-адрес настраивается до соединения с прибором.

Калибровка датчика атм. давления. Для уточнения показаний встроенного датчика атмосферного давления введите в данном поле текущее показание поверенного барометра. Хроматограф скорректирует показание своего датчика с учётом данной величины.

Калибровка датчика температуры окружающей среды. Для уточнения показаний встроенного датчика температуры окружающей среды введите в данном поле текущее показание поверенного термометра. Хроматограф скорректирует показание своего датчика с учётом данной величины. Данный параметр может отсутствовать, поскольку датчик устанавливается опционально.

После включения запустить метод продувки. Если в данном списке выбран заранее сохраненный в хроматографе метод, то после включения прибора этот метод будет запущен на выполнение. Хроматограф будет отрабатывать его в течение заданного времени анализа.

После включения запустить рабочий метод. Если в данном списке выбран заранее сохраненный в хроматографе метод, то после включения прибора (или отработки метода продувки) данный метод будет запущен на выполнение.

Данные параметры позволяют автоматизировать процесс выхода хроматографа на "Готовность" с учётом характерных для данного прибора особенностей, таких, как необходимость предварительной продувки перед выполнением серии анализов. Так же они обеспечивают автономный запуск режима анализа хроматографа после включения без персонального компьютера, выносной панели управления

Продувка после включения требуется не для всех хроматографов.

Звук нажатия клавиш. Если опция включена, при нажатии клавиш хроматографа раздается звуковой сигнал.

Звук на этапе "Готовность". Если опция включена, то при переходе хроматографа на этап "Готовность" раздается звуковой сигнал.

Звук при инициализации. Если опция включена, то после включения хроматографа и загрузки его внутренней управляющей программы раздается звуковой сигнал.

Приведенные выше параметры хроматографа присутствуют всегда. Список остальных параметров строится динамически, в зависимости от наличия конкретного узла хроматографа. Некоторые параметры могут отсутствовать, если их наличие не предусмотрено газовой схемой хроматографа.

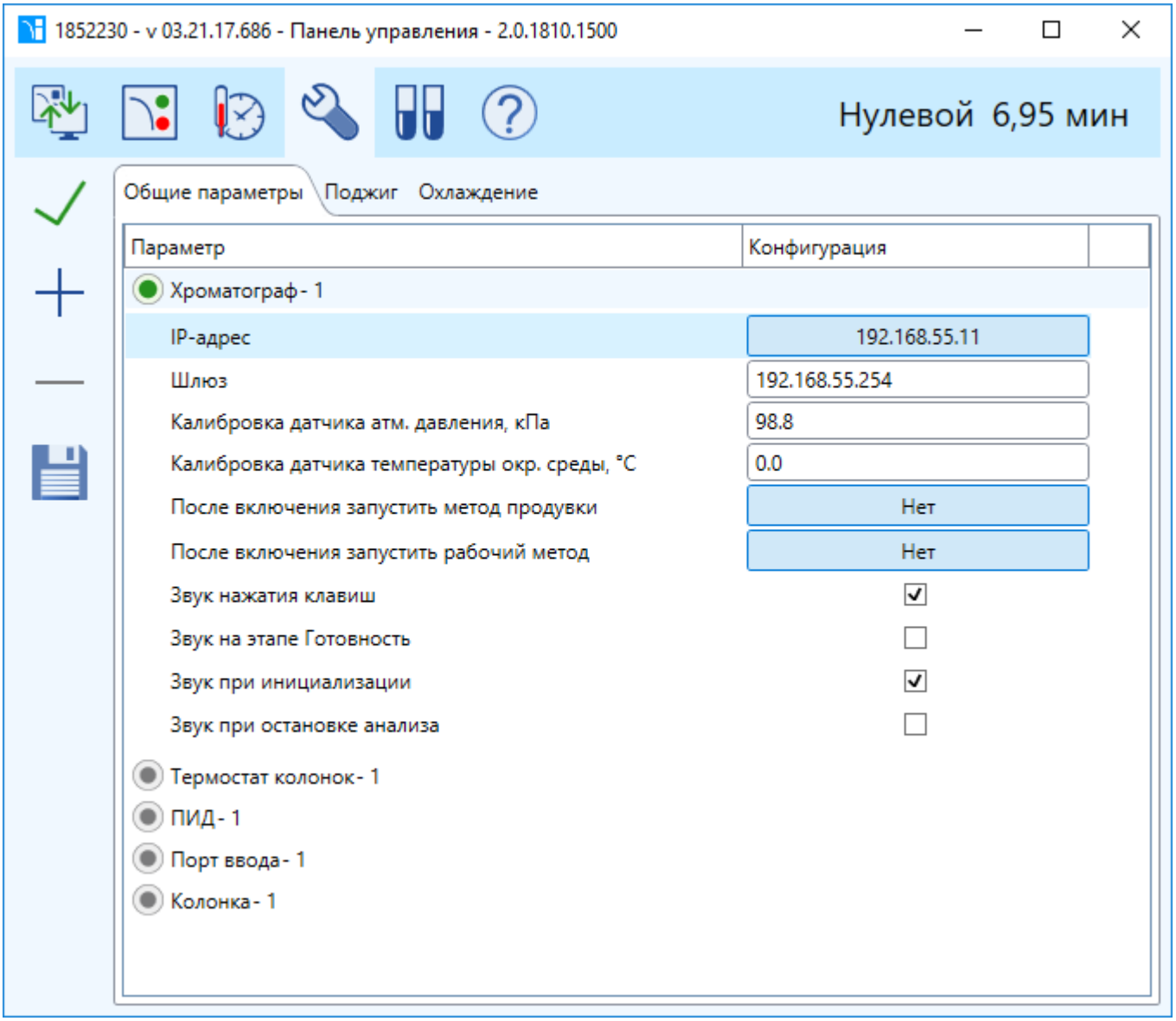


Рисунок 3.3 – Параметры хроматографа с процессорным модулем ПМ3

3.3.2 Добавление и удаление устройств

Следующие устройства контролер не может обнаружить автоматически, поэтому для настройки параметров они должны быть добавлены вручную:

- Внешнее устройство.
- Кран ручной.
- Измеритель расхода.
- Газовый регулятор.
- Колонка.



Для добавления устройства нажмите соответствующую кнопку на панели инструментов и выберите тип устройства. При добавлении нового устройства порядковый номер ему будет присвоен автоматически.

Удаление устройств – щелкните мышью по заголовку устройства и нажмите соответствующую кнопку, чтобы его устройство.



После удаления устройств нажмите кнопку **Применить**.

Устройства "Колонка" и "Порт ввода" связаны. При добавлении колонки порт ввода добавляется автоматически.

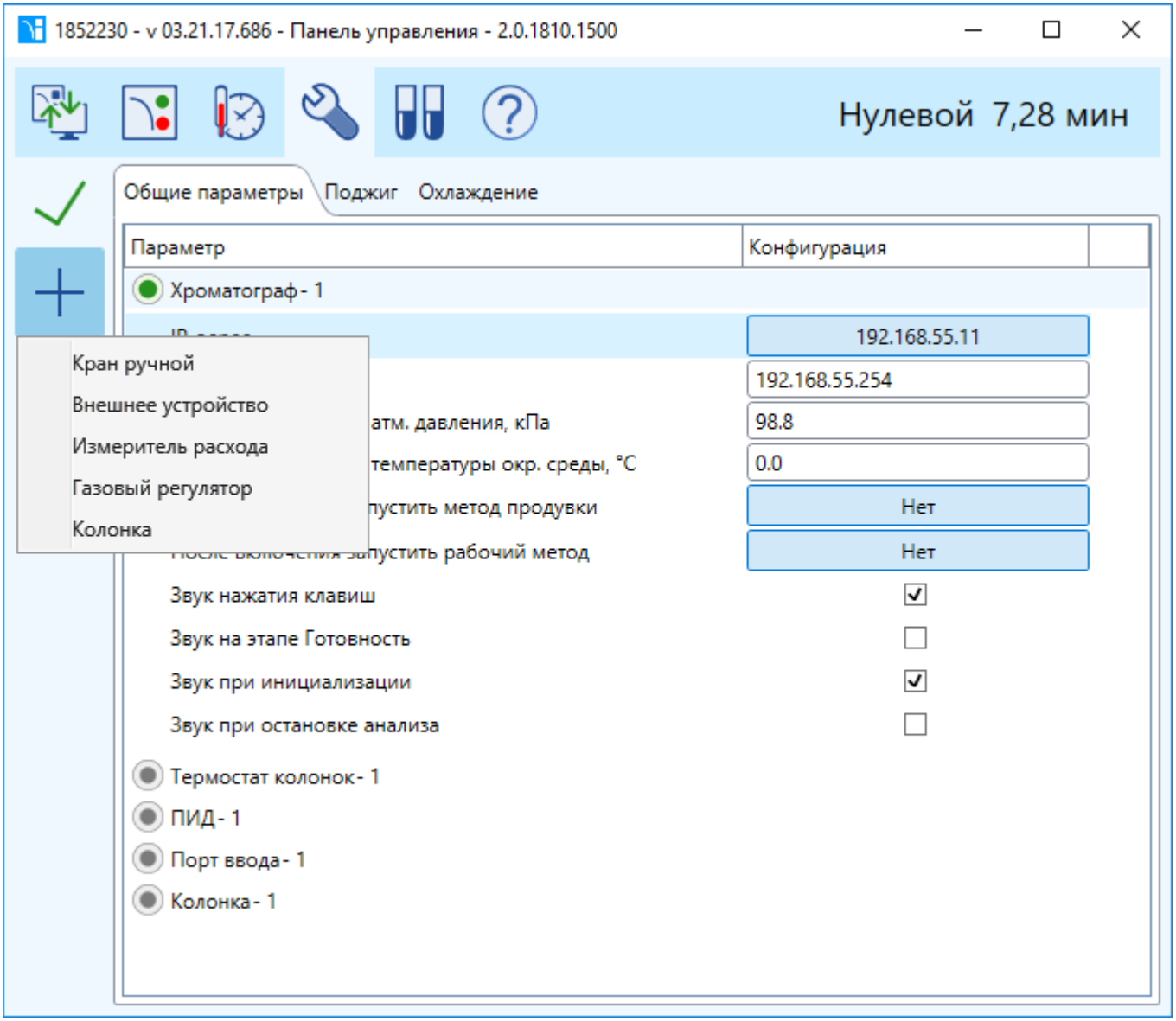


Рисунок 3.4 – Добавление устройств

3.3.3 Канал старта

Все внутренние устройства хроматографа и все периферийные устройства, подключенные к нему, имеют один общий конфигурационный параметр – канал.

Канал – признак, по которому группируются все устройства хроматографа (детекторы, испарители и т.д.). Такая группировка нужна для обеспечения возможности проведения на одном хроматографе одновременных и независимых анализов. Фактически, хроматограф с двумя каналами – это два хроматографа в одном.

Часто под термином "2-, 3-канальный хроматограф" понимают наличие у такого хроматографа 2-х или 3-х детекторов. В хроматографе с контроллером ПМ3 это понятие шире. Здесь двухканальный хроматограф может иметь, к примеру, 3-4 детектора, так же, как и одноканальный.

Свойство канал может принимать значения:

Старт-1, **Старт-2** означает, что данное устройство будет участвовать в анализе, когда будет нажата соответствующая кнопка старта.

Нет – данное устройство не будет относится ни к одному каналу и хроматограф не будет следить за его состоянием и управлять его параметрами.

Термостат колонок практически всегда всего один, общий для всех каналов, поэтому для него канал старта не указывается.

Процент хроматографов, сконфигурированных под двухканальную работу невелик, поэтому большинство приборов имеет один канал. Задание количества каналов выполняется в экспертных настройках хроматографа.

Кроме того, для работы с двумя независимыми каналами вам нужно будет создать два сеанса записи хроматограмм.

3.3.4 Краны

Максимальная температура. Рекомендуется задавать 400 °C. При её превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение.

Начальное положение. Определяет начальное положение крана согласно газовой схеме хроматографа. У ручных кранов данный параметр отсутствует.

Термостат. Указывает, на каком нагревателе установлен кран. В одном термостате могут располагаться сразу несколько кранов. Если кран не обогреваемый, параметр принимает значение "Нет".

Отключить нагрев и контроль температуры. Если опция включена, программа хроматографа не управляет нагревом крана и не контролирует его температуру.

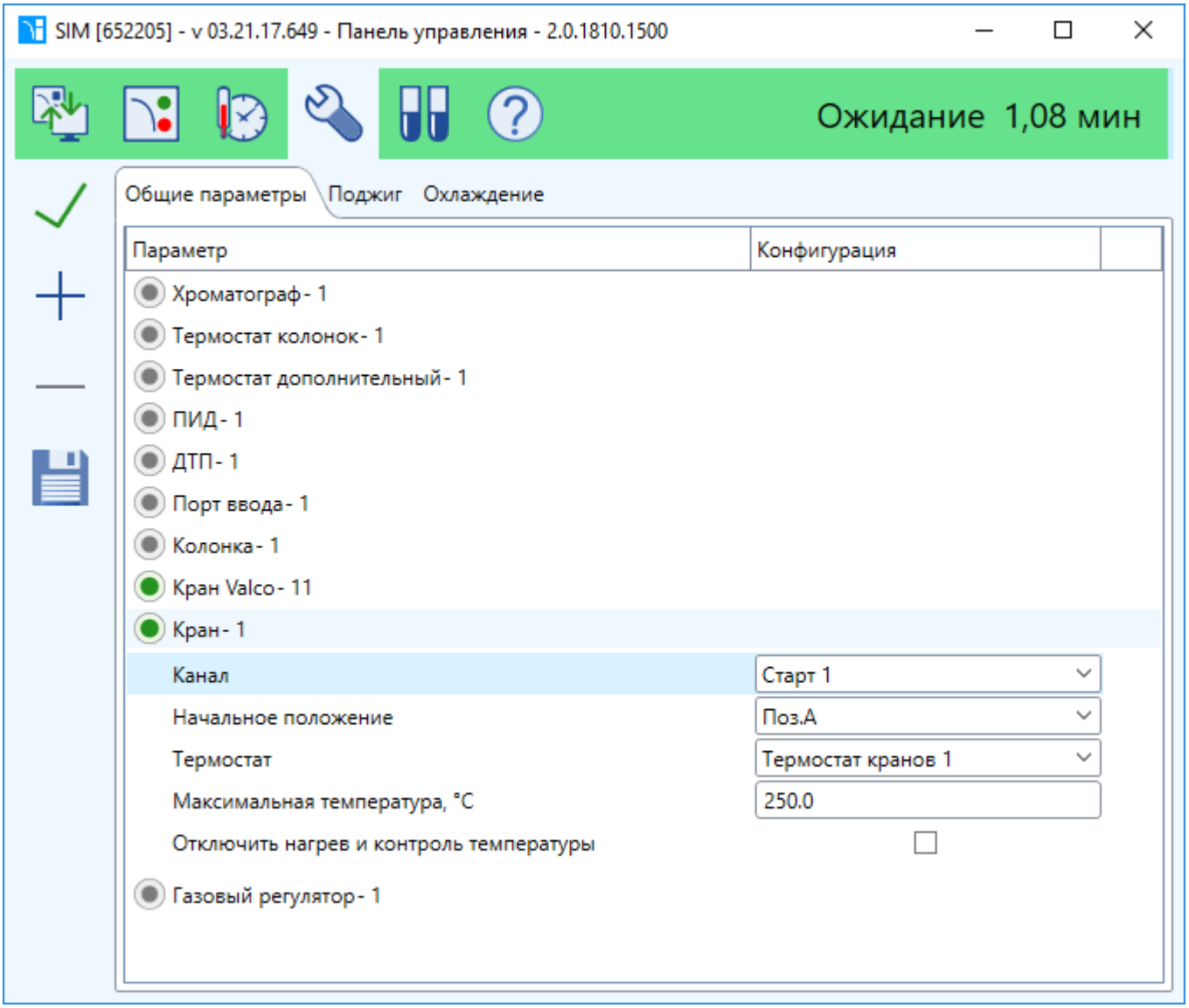


Рисунок 3.5 – Параметры кранов

При поставке с хроматографом **автоматической системы переключения потоков газов**, в конфигурацию необходимо добавить **многопозиционный кран Valco**. Добавляется данное устройство в экспертных настройках хроматографа. После добавления, на закладке **Общие параметры** появляется устройство **Кран Valco многопозиционный**:

Начальное положение. Позиция крана Valco многопозиционного, устанавливаемая при включении хроматографа. Всего этот кран имеет 8 позиций, и любая из них может быть установлена в качестве начальной.

Конкретное положение определяется газовой схемой хроматографа.

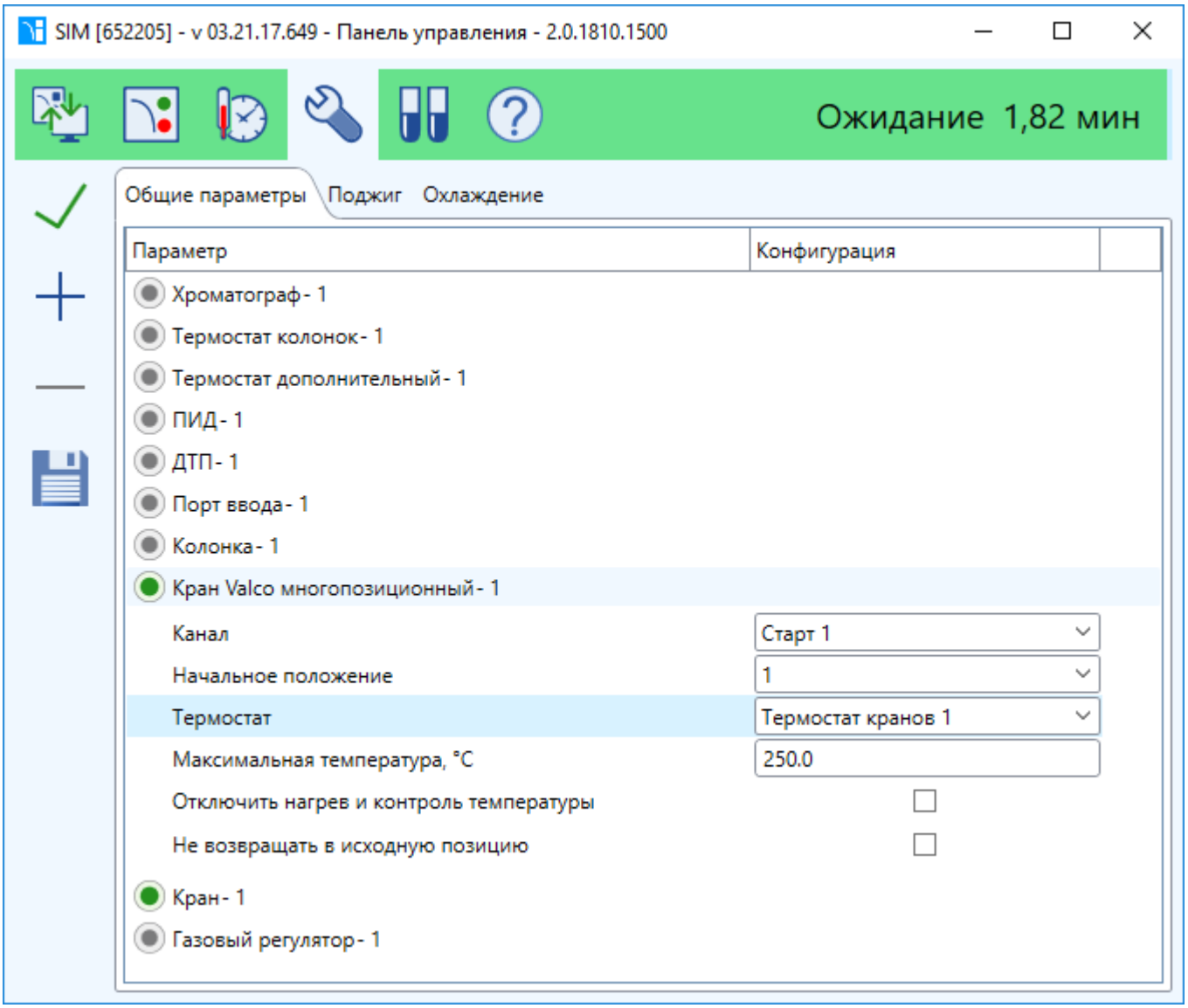


Рисунок 3.6 – Параметры многопозиционного крана Valco

3.3.5 Порты ввода пробы

Устройство "Порт ввода пробы" появляется при добавлении колонки.

Тип порта. Вход колонки может быть подключен к одному из следующих устройств:

- Испаритель насадочный.
- Испаритель капиллярный.
- Испаритель программируемый.
- Газовый ввод.
- Инжектор поршневой.

Тип порта "Газовый ввод" выбирается, если ввод пробы в колонку осуществляется краном-дозатором.

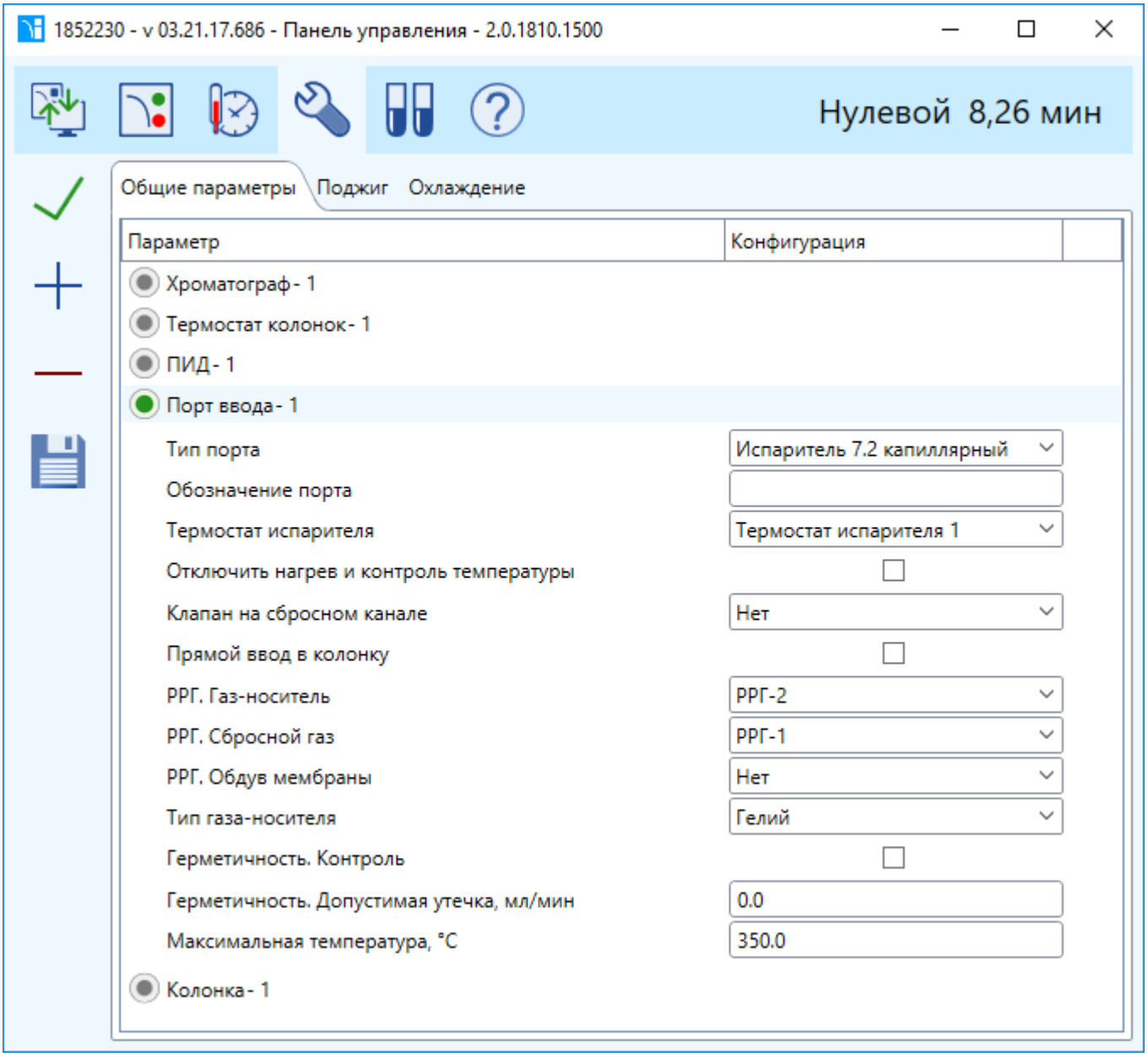


Рисунок 3.7 – Параметры портов ввода пробы

Обозначение порта. Здесь можно указать дополнительное обозначение порта ввода. Например, если тип порта – "Газовый ввод", удобно обозначить его в соответствии с газовой схемой, указав номер соответствующей дозы (дозирующей петли крана) – "Дз-1", "Дз-2" и т.п.

Термостат испарителя. Здесь следует указать, на каком нагревателе установлен испаритель. Ближайший к оператору испаритель имеет номер 1, следующий за ним – 2, и т.д. Для порта "Газовый ввод" данный параметр не настраивается.

Отключить нагрев и контроль температуры. Если опция включена, программа хроматографа не управляет нагревом испарителя и не контролирует его температуру.

Клапан на сбросном канале. При работе с капиллярной колонкой в режиме без деления потока укажите номер клапана, осуществляющего дополнительное запирание канала сброса (вентиляции).

Прямой ввод в колонку. Если опция включена, то температура испарителя будет синхронизирована с температурой термостата колонок.

Ввод большого Объёма. Опция доступна для программируемого испарителя. Если она включена, в настройках режима анализа появляется кнопка вызова калькулятора отдувки растворителя.

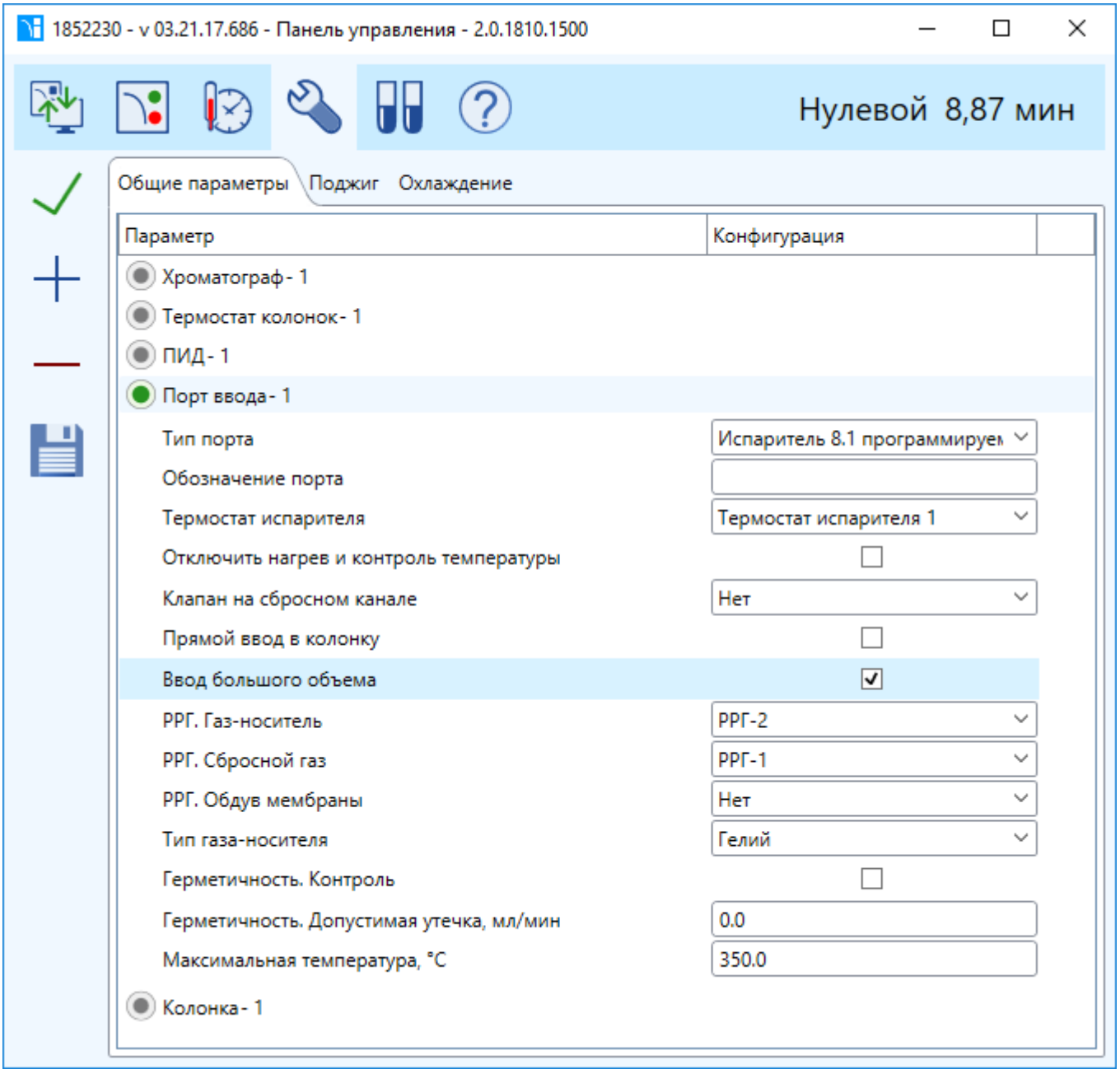


Рисунок 3.8 – Настройка ввода большого объёма пробы для программируемого испарителя

Использовать универсальные РРГ. Опция должна быть включена, если к порту ввода подключены одноканальные РРГ и выключена при использовании функциональных (многоканальных) РРГ.

РРГ функциональный. Если к порту ввода подключен функциональный (многоканальный) РРГ, здесь следует указать его номер согласно газовой схеме.

РРГ. Газ-носитель. Если к порту ввода подключены одноканальные РРГ, здесь следует указать номер регулятора, от которого в колонку подается газ-носитель.

РРГ. Сбросной газ. Если к порту ввода подключены одноканальные РРГ, здесь следует указать номер регулятора, контролирующего сброс пробы (деление потока).

РРГ. Обдув мембраны. Если к порту ввода подключены одноканальные РРГ, здесь следует указать номер регулятора, контролирующего величину потока по каналу обдува мембраны.

Электронные РРГ "Сбросной газ" и "Обдув мембраны" могут в газовой схеме отсутствовать или быть заменены механическими. В этом случае в данных параметрах остается значение "Нет".

Максимальная температура. Рекомендуется задавать 350-450 °С. При её превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение.

Тип газа-носителя. Здесь следует выбрать тип газа-носителя, подаваемого в колонку.

Герметичность. Контроль. Если опция включена, программа хроматографа контролирует заданную допустимую утечку в порте ввода.

Если в качестве газа-носителя используется водород, то контроль герметичности **СЛЕДУЕТ ВКЛЮЧИТЬ ОБЯЗАТЕЛЬНО**. При обнаружении негерметичности (при обломе капиллярной колонки возле испарителя) не просто выдается сообщение, но и включается защита от взрыва: открывается заслонка термостата колонок, отключается нагрев всех термостатов.

На закладках **Поджиг** и **Охлаждение** задайте параметры порта ввода, которые хроматограф будет отрабатывать на соответствующих этапах работы.

3.3.6 Колонки

Колонки хроматограф не может обнаружить сам и оператору следует добавить их вручную. Одновременно с колонками добавляются и связанные с ними устройства Порт ввода пробы.

К одному порту ввода пробы могут быть подключены две колонки, если такая конфигурация заложена в газовой схеме хроматографа.

Некоторые параметры колонок появляются в данном диалоге не сразу, а по мере настройки других параметров, от которых зависят.

Порт ввода. Выбирается автоматически. Обычно менять значение этого параметра нет необходимости.

Тип колонки. Согласно газовой схеме укажите тип – насадочная или капиллярная. При выборе типа колонки автоматически задается и тип порта ввода пробы.

Название колонки. В данное поле можно вписать обозначение колонки. Необязательный параметр.

Длина. Укажите длину колонки в метрах. Параметр доступен только для капиллярных колонок.

Диаметр. Укажите диаметр колонки в миллиметрах. Параметр доступен только для капиллярных колонок.

Давление на выходе. Возможные значения:

- С датчика атм. давления.
- Вакуум. Выбирается при работе с масс-спектрометрическим детектором.
- Заданное. Оператор может сам задать давление на выходе. При расчёте величины потока через колонку величина атмосферного давления не учитывается.
- Заданное + атмосферное. Оператор может сам задать давление на выходе. При расчёте величины потока через колонку величина атмосферного давления учитывается (берется с датчика).

На закладках **Поджиг** и **Охлаждение** задайте параметры колонки, которые хроматограф будет отрабатывать на соответствующих этапах работы.

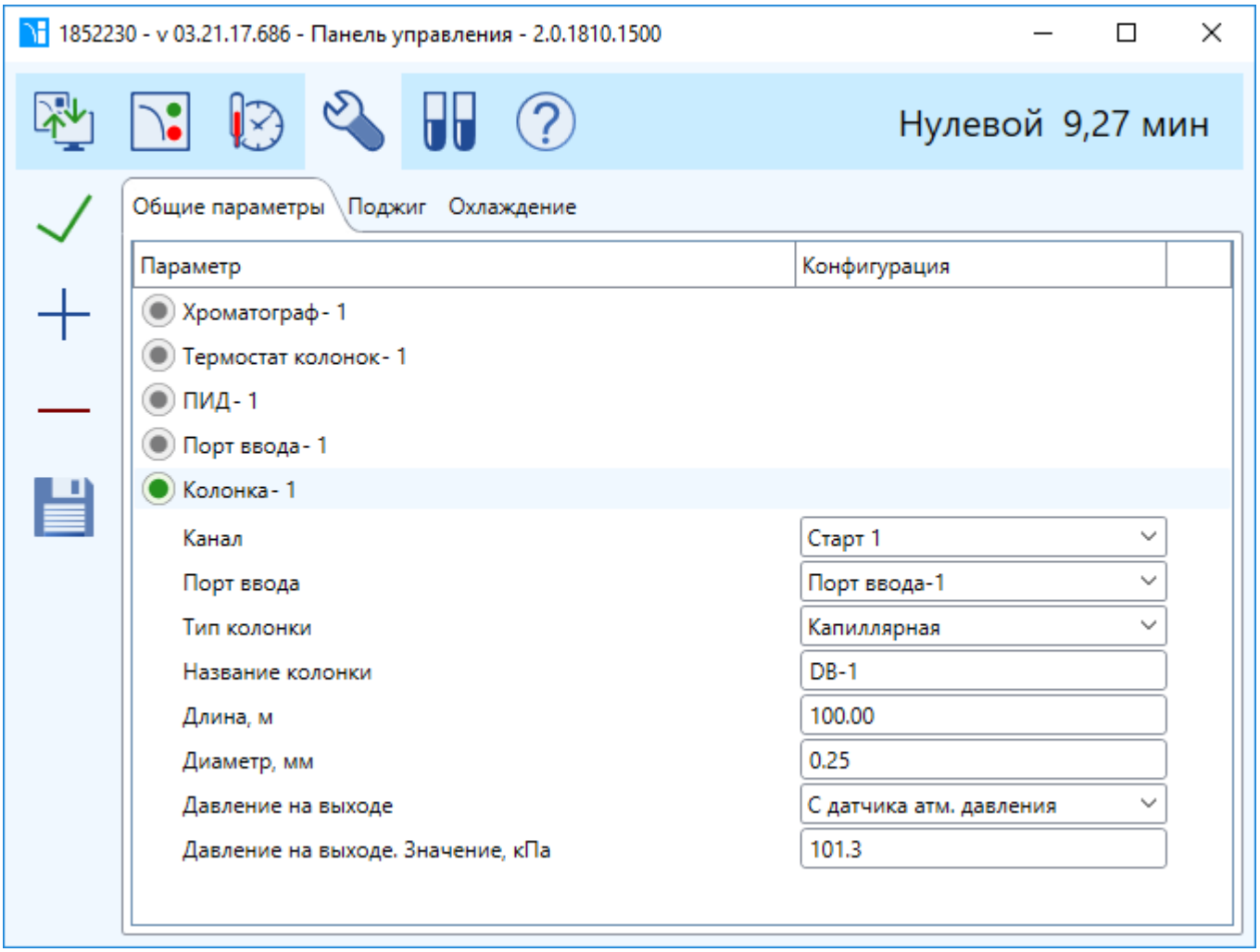


Рисунок 3.9 – Параметры колонок

3.3.7 Переключатели потоков (клапаны)

Начальное положение. Определяет начальное положение крана согласно газовой схеме хроматографа.

РРГ. Если в газовой схеме переключателя потока задействован дополнительный РРГ (регулятор давления), здесь следует указать его номер. Так же укажите тип газа.

3.3.8 Термостат колонок

Предстарт. Опцию следует включить, если рекомендуемая рабочая температура колонки превышает температуру первой изотермы во время анализа. Параметр применяется при работе с колонками Lowox.

При передаче такого режима хроматограф отрабатывает последнюю ступень программирования температуры термостата колонок. Когда все параметры хроматографа будут в пределах допуска, хроматограф перейдет на этап "Ожидание". На данном этапе оператор должен выполнить предстарт – нажать клавишу СТАРТ, не вводя пробу (при работе с автодозатором предстарт выполнит Планировщик).

При выполнении предстарта хроматограф отрабатывает первую ступень заданной программы температуры и переходит на этап "Готовность".

Максимальная температура. Следует задать паспортное значение температуры колонки (рекомендуется задавать температуру на 10-20 °С ниже паспортной). При её превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение.

Если в термостате установлено несколько колонок, то задается минимальная из их паспортных температур.

Т колонки < Т детекторов. Если опция включена, программа не позволяет температуре колонки превысить температуру детекторов. Это сделано для того, чтобы избежать перехода пробы из горячей области в более холодную.

Т колонки < Т испарителей. Если опция включена, программа не позволяет температуре колонки превысить температуру испарителей.

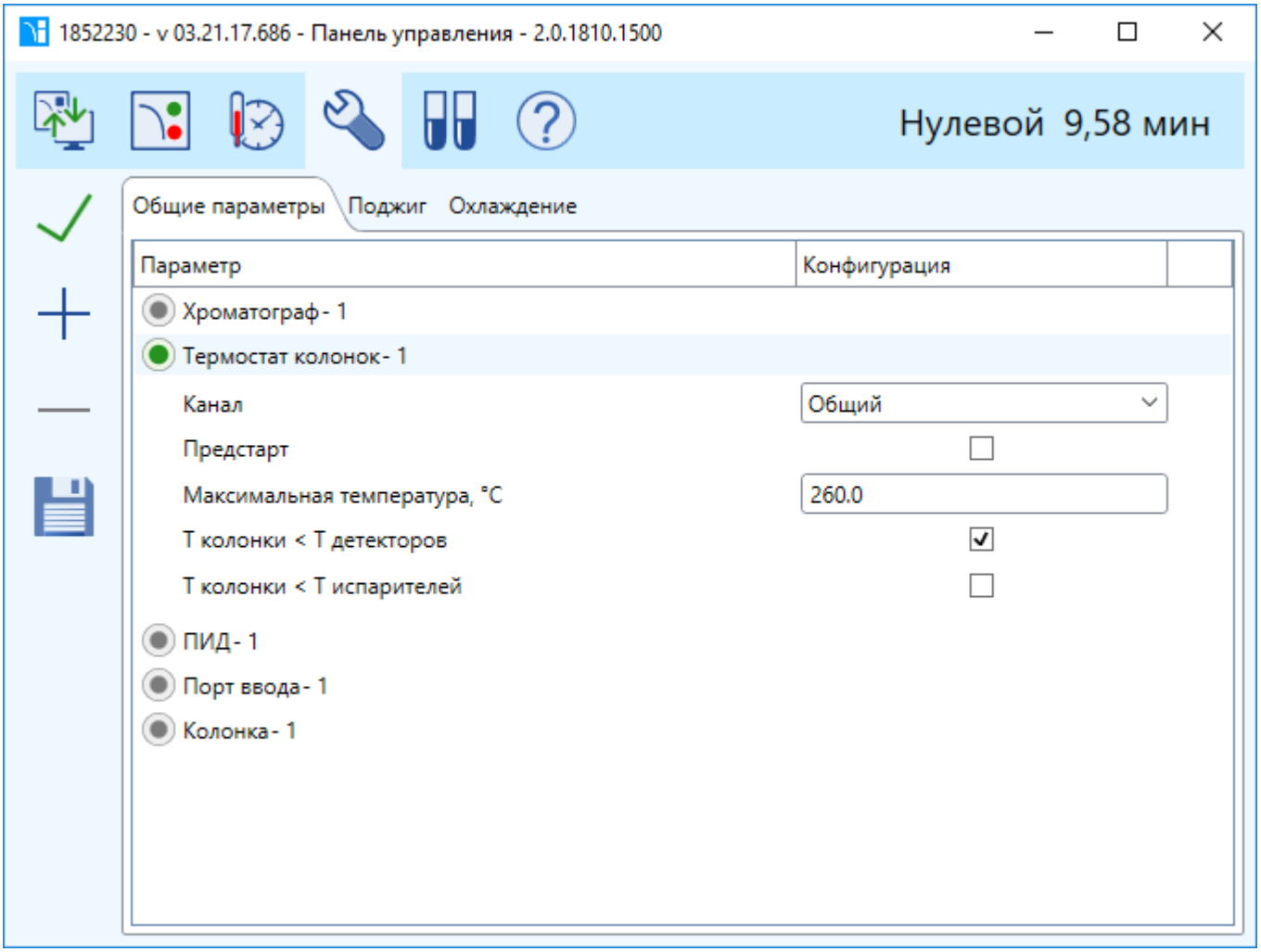


Рисунок 3.10 – Параметры термостата колонок

3.3.9 Метанаторы

Максимальная температура. Следует задать 450 °C.

РРГ. Водород. Выберите регулятор расхода газа, который управляет поддувом водорода в метанатор.

При наличии метанатора водород в ПИД поступает через трубопровод, данного устройства, а не по соответствующему каналу детектора. При этом в настройках конфигурации РРГ водород можно указать или у детектора, или у метанатора (но не одновременно в обоих устройствах).

3.3.10 Детекторы

Частота. Частота сбора данных оказывает влияние на информативность хроматограммы. Чем выше частота, тем более узкие пики могут быть обнаружены, но и тем выше уровень шумов. Установленное по умолчанию значение 25 Гц является оптимальным.

Термостат. Выбирается термостат детектора. Здесь термостат детекторов 1 означает, что детектор установлен на ближнюю нагревательную платформу, а термостат детекторов 2 – на дальнюю. В одном термостате могут располагаться сразу несколько детекторов, например три детектора ДТП.

Максимальная температура. При превышении максимальной температуры (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение. Рекомендуемые значения:

- ПИД, ТИД, ЭЗД – 450 °C;
- ПФД, ФИД – 250 °C;
- ДТП, ДТХ – 300 °C.

Использовать универсальные РРГ. Опция должна быть включена, если к детектору подключены одноканальные РРГ и выключена при использовании функциональных (многоканальных) РРГ.

РРГ функциональный. Если к детектору подключен функциональный (многоканальный) РРГ, здесь следует указать его номер согласно газовой схеме.

РРГ. Водород. Для детекторов ПИД, ТИД, ПФД. Если к детектору подключены одноканальные РРГ, здесь следует указать номер регулятора, от которого в детектор подается водород.

РРГ. Воздух. Для детекторов ПИД, ТИД, ПФД. Если к детектору подключены одноканальные РРГ, здесь следует указать номер регулятора, от которого в детектор подается воздух.

РРГ. Поддув. Для детекторов ПИД, ТИД, ЭЗД, ФИД, ДТП, ДТХ. Если к детектору подключены одноканальные РРГ, здесь следует указать номер регулятора, от которого в детектор подается поддувной газ.

Тип поддувного газа. Здесь следует выбрать тип поддувного газа.

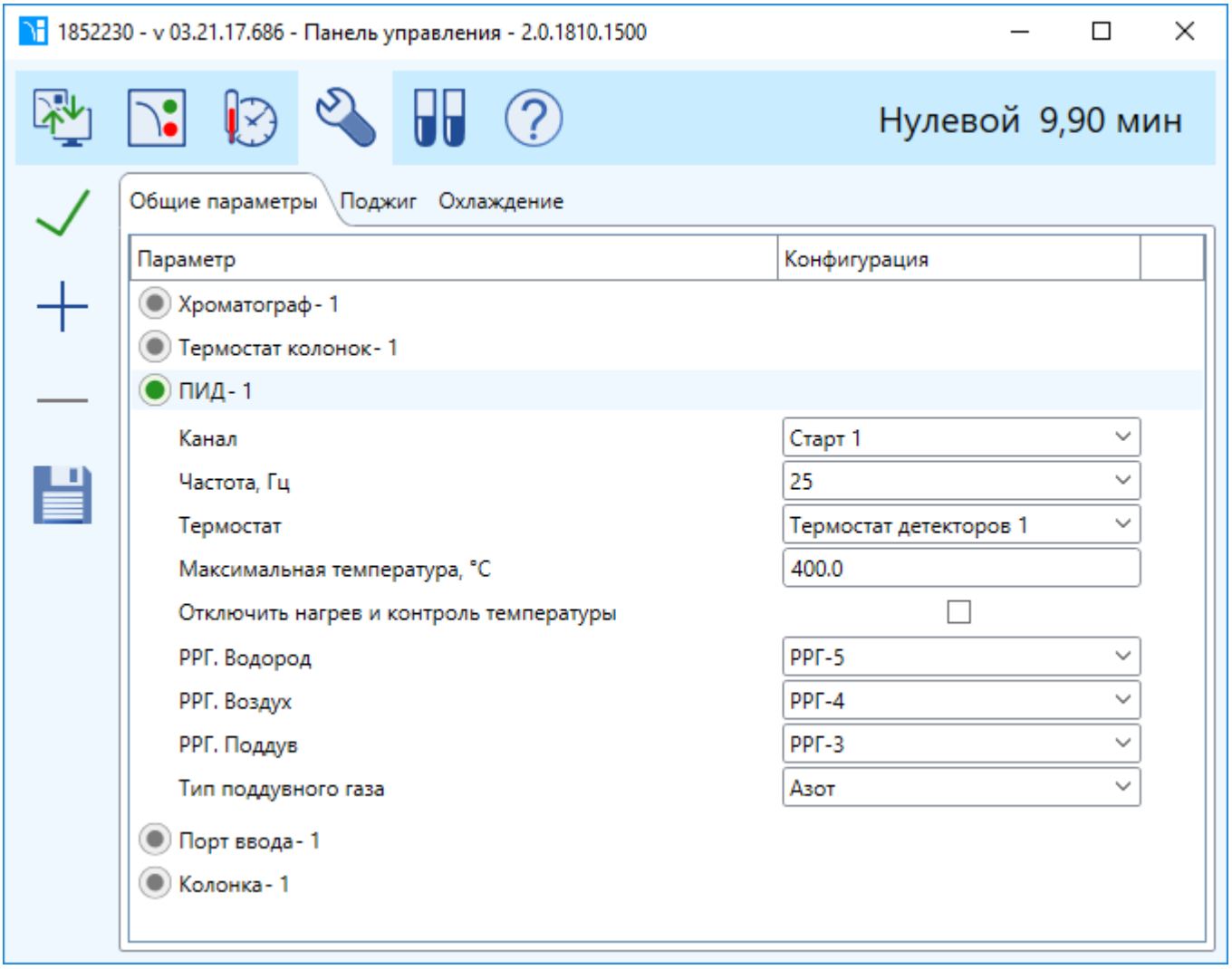


Рисунок 3.11 – Параметры детекторов на примере ПИД

Дополнительные параметры детектора ПФД

ФЭУ. Питание. Включение и выключение питания фотоумножителя детектора ПФД.

ФЭУ. Сигнал в отсутствие пламени. Вследствие технологических разбросов параметров ФЭУ некоторые экземпляры ПФД имеют ненулевой фоновый сигнал до поджига пламени. В этом случае хроматограф может при отсутствии пламени зарегистрировать его наличие. Чтобы избежать этого, задайте значение данного параметра на измеренное в момент достижения заданного значения температуры детектора.

Дополнительный параметр детектора ЭЗД

Ток ЭЗД. Значение опорного тока, соответствующее величине протекающего через детектор ионизационного тока. Ток ЭЗД задается в относительных единицах от 0 (0 нА) до 350 (4.1 нА), значение по умолчанию – 100 (примерно соответствует 1.17 нА). Задаваемое значение зависит от величины активности радиоактивного источника, находящегося в детекторе.

Дополнительные параметры детектора ФИД

Начальное состояние лампы. Укажите, в каком состоянии будет находиться лампа при старте анализа.

Чем больше времени лампа находится во включенном состоянии, тем меньше её срок службы. Чтобы увеличить ресурс лампы можно использовать её программирование – включать лампу незадолго до выхода интересующего пика, после его завершения выключать. В этом случае начальное состояние лампы – выключена.

Время включения и выключения лампы во время анализа подбирается экспериментальным путем при создании метода.

Контроль включения лампы. Если данная опция включена, то хроматограф не может выйти на этап "Готовность" с выключенной лампой. Если в текущий момент вы не используете ФИД, можете выключить данную опцию.

Лампа включена. Включение и выключение лампы ФИД. Вы можете оперативно выключить лампу для её извлечения и чистки, не охлаждая и не выключая хроматограф.

Дополнительные параметры детектора ДТП

Мощность. Параметр задает мощность нагрева датчиков (спиралей) в зависимости от типа текущего через детектор газа-носителя.

В случае, если задана мощность 100% (для гелия или водорода), а реально через детектор течет азот или аргон, спираль может выйти из строя.

Смещение. Задайте значение смещения нулевой линии сигнала. Усилитель автоматически балансируется таким образом, чтобы фон детектора соответствовал заданному смещению. Рекомендуемое значение – 1000 мВ.

Спираль включена. При включении данной опции, ДТП переводится в автоматический режим защиты спиралей от перегрева. Во время работы спираль ДТП должна находиться в автоматическом режиме. При выключении опции нагрев спиралей ДТП будет отключен.

Инверсия сигнала. Установите эту опцию, если на хроматограмме все пики отрицательные (обратные).

Дополнительные параметры детектора ДТХ

Мощность. Параметр задает мощность нагрева датчиков в зависимости от типа текущего через детектор газа-носителя.

В случае, если задана мощность 100% (для гелия или водорода), а реально через детектор течет азот или аргон, спираль может выйти из строя.

Смещение. Задайте значение смещения нулевой линии сигнала. Усилитель автоматически балансируется таким образом, чтобы фон детектора соответствовал заданному смещению. Рекомендуемое значение – 1000 мВ.

Датчик включен. При включении данной опции, ДТХ переводится в автоматический режим защиты датчиков от перегрева. Во время работы датчик должен находиться в автоматическом режиме. При выключении опции нагрев датчиков будет отключен.

Инверсия сигнала. Установите эту опцию, если на хроматограмме все пики отрицательные (обратные).

3.3.11 Параметры поджига пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД

Эти параметры располагаются на закладке **Поджиг**:

Контроль наличия пламени. Если в текущий момент вы не используете данный детектор, выключите эту опцию, чтобы программа хроматографа не пыталась поджечь пламя детектора.

Свеча. Укажите, какая свеча подключена к данному детектору (номер свечи написан на бирке кабеля свечи).

Расход водорода. Задайте величину расхода водорода на этапе "Поджиг". Рекомендуемые значения:

- ПИД – 40 мл/мин;
- ТИД – 30 мл/мин;
- ПФД – 80 мл/мин.

Расход воздуха. Задайте величину расхода воздуха на этапе "Поджиг". Рекомендуемые значения:

- ПИД – 250 мл/мин;
- ТИД – 250 мл/мин;
- ПФД – 180 мл/мин.

Расход (давление) поддувного газа. Задайте величину расхода поддувного газа на этапе "Поджиг". Рекомендуемые значения для ПИД и ТИД – 10 мл/мин.

Приращение водорода. Величина, на которую увеличивается расход водорода при каждой следующей попытке поджига (если предыдущая была неудачна). Рекомендуемое значение 5-10 мл/мин.

Порог приращения фона. При поджиге пламени измеряемый фон пламенных детекторов увеличивается. Для того чтобы хроматограф зафиксировал наличие пламени, фон должен превысить заданное пороговое значение. Рекомендуемые значения:

- ПИД – 2 мВ;
- ТИД – 4 мВ;
- ПФД – 0.5 мВ.

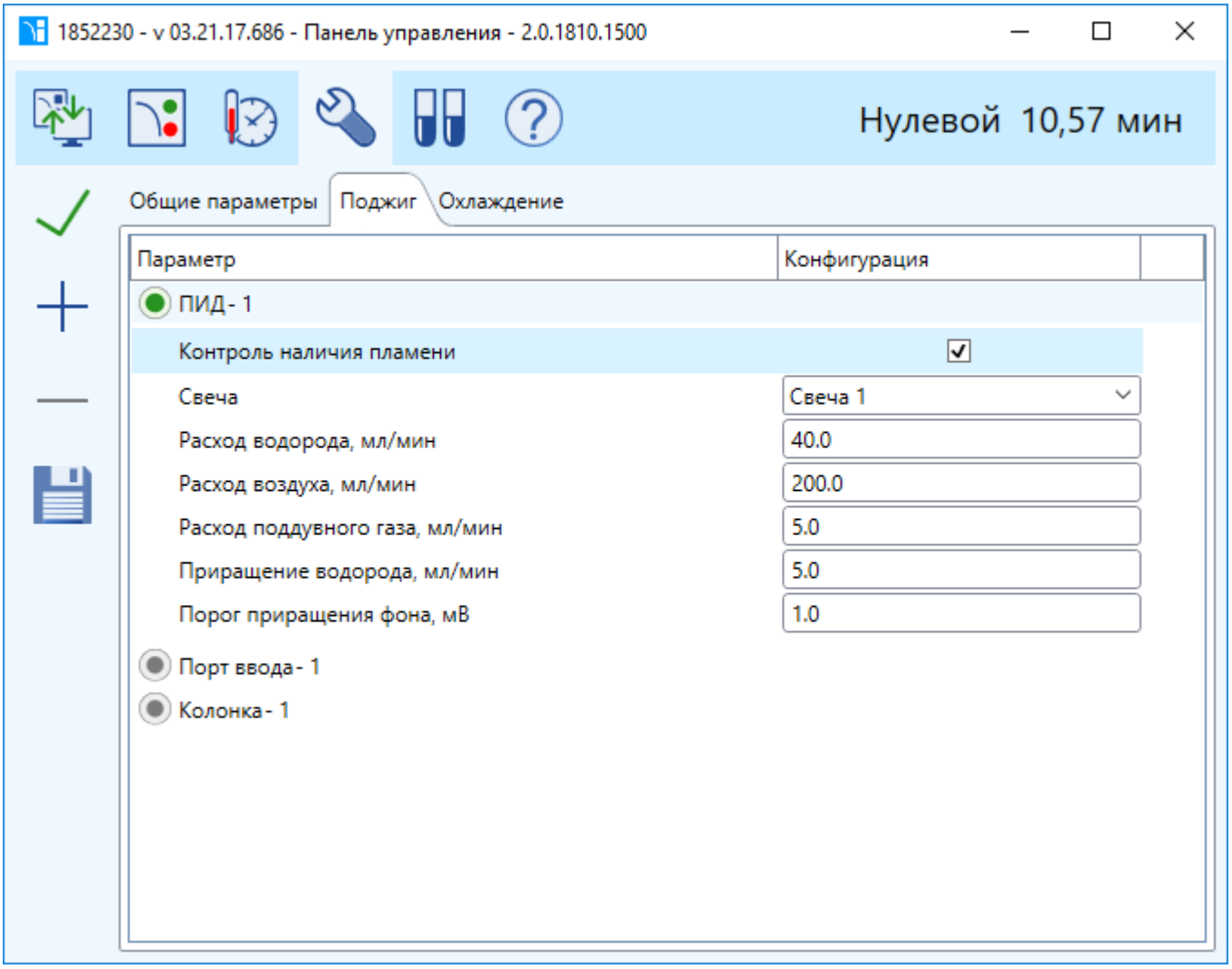


Рисунок 3.12 – Параметры поджига пламенных детекторов

3.3.12 Параметры охлаждения

На закладке **Охлаждение** задайте параметры, которые хроматограф будет отрабатывать на соответствующем этапе работы.

Для детектора ПФД на этапе "Охлаждение" рекомендуется задавать значения расхода воздуха и водорода – 15 мл/мин для того, чтобы при охлаждении потоком этих газов из крышки детектора удалялся образующийся конденсат (пламя детектора при этом будет предварительно потушено).

Для детекторов ПИД и ТИД нет необходимости задавать расходы газов на этапе "Охлаждение".

3.4 Конфигурация ГХ (ПМ2)

3.4.1 Параметры хроматографа

Раскройте группу параметров **Хроматограф**.

Тестовый режим [игнорирование аварий]. Если опция включена, то программа хроматографа игнорирует все параметры вне допуска и сразу устанавливает этап "Готовность".

Тестовый режим может использоваться только сервисными службами на этапах наладки оборудования и его технического обслуживания. В условиях обычной работы данный признак должен быть всегда выключен.

Резервная память. Опцию следует включить при наличии в приборе блока резервной памяти.

Активность МСД. Опцию следует включить при работе хроматографа с масс-спектрометрическим детектором DSQ II или ISQ.

Звук нажатия клавиш. Если опция включена, при нажатии клавиш хроматографа раздается звуковой сигнал.

Звук на этапе "Готовность". Если опция включена, то при переходе хроматографа на этап "Готовность" раздается звуковой сигнал.

Калибровка датчика атм. давления. Для уточнения показаний встроенного датчика атмосферного давления введите в данном поле текущее показание поверенного барометра. Хроматограф скорректирует показание своего датчика с учётом данной величины.

Термостат детектора 2. Опцию следует включить при наличии в хроматографе второго термостата детекторов (дальняя нагревательная платформа).

Термостат испарителя 2. Опцию следует включить при наличии в хроматографе второго термостата испарителя (дальняя нагревательная платформа).

Т колонки < Т детектора. Если опция включена, программа не позволяет температуре колонки превысить температуру детекторов. Это сделано для того, чтобы избежать перехода пробы из горячей области в более холодную.

Начальное положение клапана:

- Открыт – при включении хроматографа на клапан подается питание, и он открывается.
- Закрыт – при включении хроматографа на клапан не подается питание, и он остается закрытым.
- Выключен – клапан не используется (отсутствует).

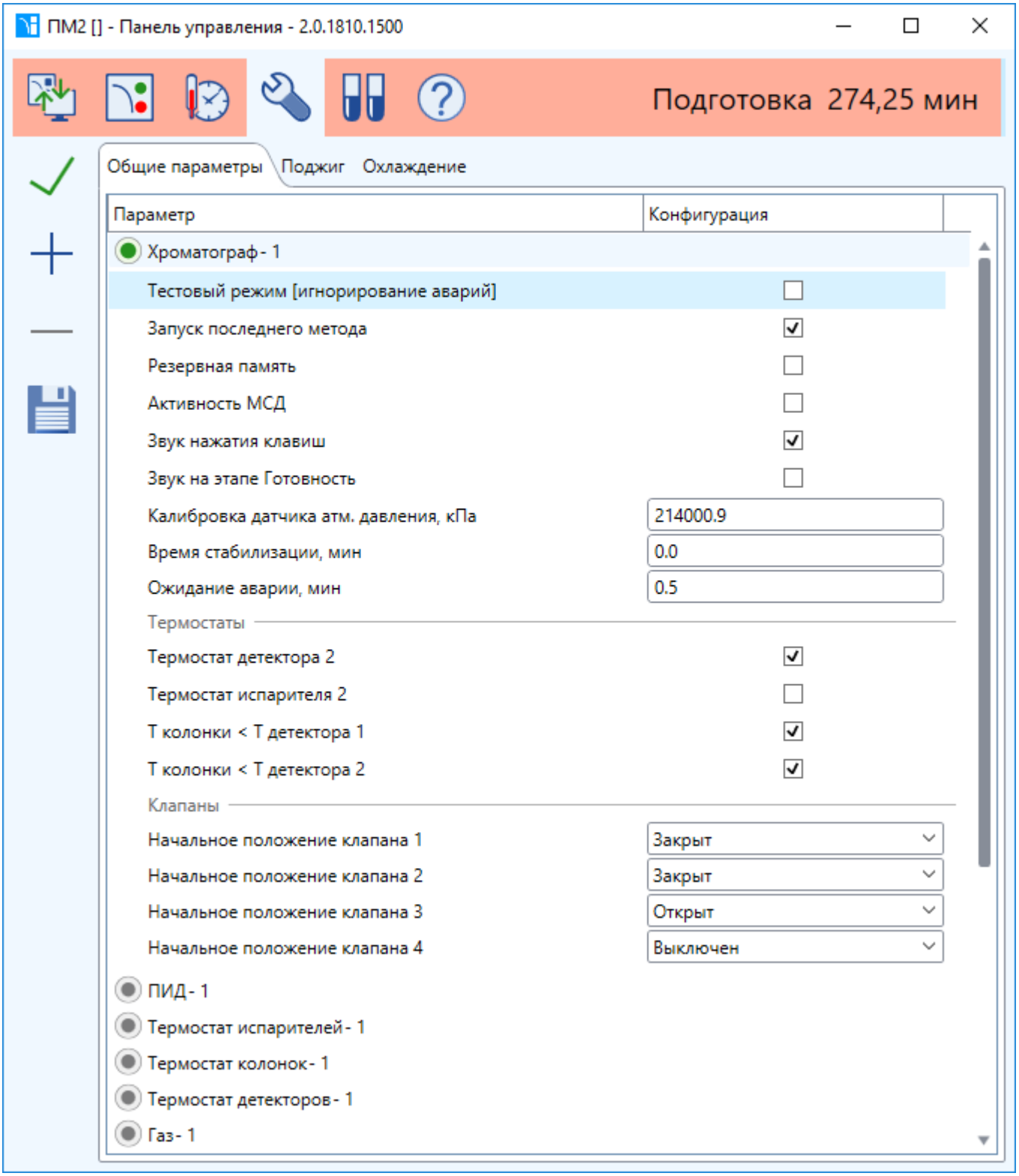


Рисунок 3.13 – Параметры хроматографа с процессорным модулем ПМ2

3.4.2 Термостаты

Для узлов – термостат колонок, термостат испарителей и термостат детекторов – задается параметр Максимальная температура.

Следует задать паспортное значение температуры колонки (рекомендуется задавать температуру на 10-20 °С ниже паспортной). При её превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение.

Максимальная температура детекторов и испарителей задается в соответствии с указаниями руководства по эксплуатации хроматографа.

3.4.3 Газовые регуляторы

Тип регулятора. Выбирается согласно газовой схеме прибора.

Режим газа:

- "Давление" используется для поддержания на выходе регулятора постоянного давления заданной величины.
- "Скорость" и "Поток" (задаются только для каналов Газ 1, Газ 3) могут применяться при работе с капиллярными колонками для поддержания заданной постоянной скорости или потока через капиллярную колонку.
- "Расход" используется для поддержания через регулятор заданного постоянного расхода газа-носителя.

Тип газа. Здесь следует выбрать тип газа-носителя, подключенного ко входу регулятора.

Использовать экономию газа. Если опция включена, то при простое на этапе "Готовность" в течение заданного времени задается уменьшенный расход газа.

Время включения экономии, мин. Устанавливает время простоя на этапе "Готовность". По истечении включается экономия газа.

Контроль герметичности. Если опция включена, программа хроматографа контролирует заданную допустимую утечку в испарителе.

Продувка после включения. Расход, мл/мин. Здесь задается расход газа для этапа "Продувка перед анализом".

Игнорировать аварии. Включите опцию, если необходимо, чтобы хроматограф не отслеживал состояние данного регулятора (параметр используется при работе РРГ-11Б).

3.4.4 Колонки

Название колонки. В данное поле можно вписать обозначение колонки. Необязательный параметр.

Длина. Укажите длину колонки в метрах. Параметр доступен только для капиллярных колонок.

Диаметр. Укажите диаметр колонки в миллиметрах. Параметр доступен только для капиллярных колонок.

3.4.5 Детекторы

Канал старта. Данный параметр задает привязку детектора к одному из двух каналов старта анализа. Он может принимать значения Старт 1 и Старт 2.

Частота. Частота сбора данных оказывает влияние на информативность хроматограммы. Чем выше частота, тем более узкие пики могут быть обнаружены, но и тем выше уровень шумов. Установленное по умолчанию значение 25 Гц является оптимальным.

Термостат. Выбирается термостат детектора. Здесь термостат детекторов 1 означает, что детектор установлен на ближнюю нагревательную платформу, а термостат детекторов 2 – на дальнюю. В одном термостате могут располагаться сразу несколько детекторов, например, три детектора ДТП.

3.4.5.1 Пламенно-фотометрический детектор ПФД

ФЭУ. Питание. Включение и выключение питания фотоумножителя детектора ПФД.

ФЭУ. Сигнал в отсутствие пламени. Вследствие технологических разбросов параметров ФЭУ некоторые экземпляры ПФД имеют ненулевой фоновый сигнал до поджига пламени. В этом случае хроматограф может при отсутствии пламени зарегистрировать его наличие. Чтобы избежать этого, задайте значение данного параметра на измеренное в момент достижения заданного значения температуры детектора.

3.4.5.2 Электронозахватный детектор ЭЗД

Ток ЭЗД. Значение опорного тока, соответствующее величине протекающего через детектор ионизационного тока. Ток ЭЗД задается в относительных единицах от 0 (0 нА) до 350 (4.1 нА), значение по умолчанию – 100 (примерно соответствует 1.17 нА). Задаваемое значение зависит от величины активности радиоактивного источника, находящегося в детекторе.

3.4.5.3 Фотоионизационный детектор ФИД

Лампа включена. Включение и выключение лампы ФИД. Вы можете оперативно выключить лампу для её извлечения и чистки, не охлаждая и не выключая хроматограф.

3.4.5.4 Детектор по теплопроводности ДТП

Мощность. Параметр задает мощность нагрева спиралей ДТП в зависимости от типа текущего через детектор газа-носителя. Если в качестве газа-носителя используется гелий, установите значение мощности Гелий 100%, а если используется азот – Азот 25%. В режиме мощности 25 %, при использовании гелия в качестве газа-носителя, можно регистрировать пики в диапазоне концентраций компонентов до 100 об. % при Объёме дозы 0,5-1,0 мл.

В случае, если задана мощность 100% (для гелия или водорода), а реально через детектор течет азот или аргон, спираль может выйти из строя.

Смещение. Задайте значение смещения нулевой линии сигнала. Усилитель автоматически балансируется таким образом, чтобы фон детектора соответствовал заданному смещению. Рекомендуется подбирать значение смещения таким образом, чтобы фон детектора был равен 100-200 мВ.

Спираль включена. При включении данной опции, ДТП переводится в автоматический режим защиты спиралей от перегрева. Во время работы спираль ДТП должна находиться в автоматическом режиме. При выключении опции нагрев спиралей ДТП будет отключен.

Инверсия сигнала. Установите эту опцию, если на хроматограмме все пики отрицательные (обратные).

3.4.5.5 Детектор термохимический ДТХ

Мощность. Переключение уровня мощности нагрева датчиков детектора. Может принимать значения 80% или 100%.

В случае, если задана мощность 100% (для гелия или водорода), а реально через детектор течет азот или аргон, спираль может выйти из строя.

Смещение. Задайте значение смещения нулевой линии сигнала ДТХ. Усилитель ДТХ автоматически балансируется таким образом, чтобы фон детектора соответствовал заданному смещению. Рекомендуется подбирать значение смещения таким образом, чтобы фон детектора был равен 300-500 мВ.

Датчик включен. При включении данной опции, ДТХ переводится в автоматический режим защиты датчиков от перегрева. Во время работы датчик должен находиться в автоматическом режиме. При выключении опции нагрев датчиков будет отключен.

Инверсия сигнала. Установите эту опцию, если на хроматограмме все пики отрицательные (обратные).

3.4.6 Параметры поджига пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД

Располагается на закладке **Поджиг**:

Порог приращения фона. При поджиге пламени измеряемый фон пламенных детекторов увеличивается. Для того чтобы хроматограф зафиксировал наличие пламени, фон должен превысить заданное пороговое значение. Рекомендуемые значения:

- ПИД – 2 мВ;
- ТИД – 4 мВ;
- ПФД – 0.5 мВ.

3.5 Конфигурация ВЭЖХ

3.5.1 Насосы

Поток в спящем режиме. Определяет поток элюента в режиме экономии.

Максимальное давление, МПа. Устанавливает блокировку насоса при достижении максимального давления (значения по умолчанию – 41,37 МПа для насосов и капилляров из нержавеющей стали, 24,13 МПа для насосов и капилляров из PEEK).

Минимальное давление, МПа. Устанавливает блокировку насоса при достижении минимального давления (значение по умолчанию – 0 МПа).

Элюент A (B, C, D). Определяет название используемой подвижной фазы.

Количество параметров для задания названия подвижной фазы зависит от используемого насоса (Элюент A для изократического насоса; Элюент A и Элюент B для градиентного насоса ВД; Элюент A, Элюент B, Элюент C, Элюент D для градиентного насоса ВД).

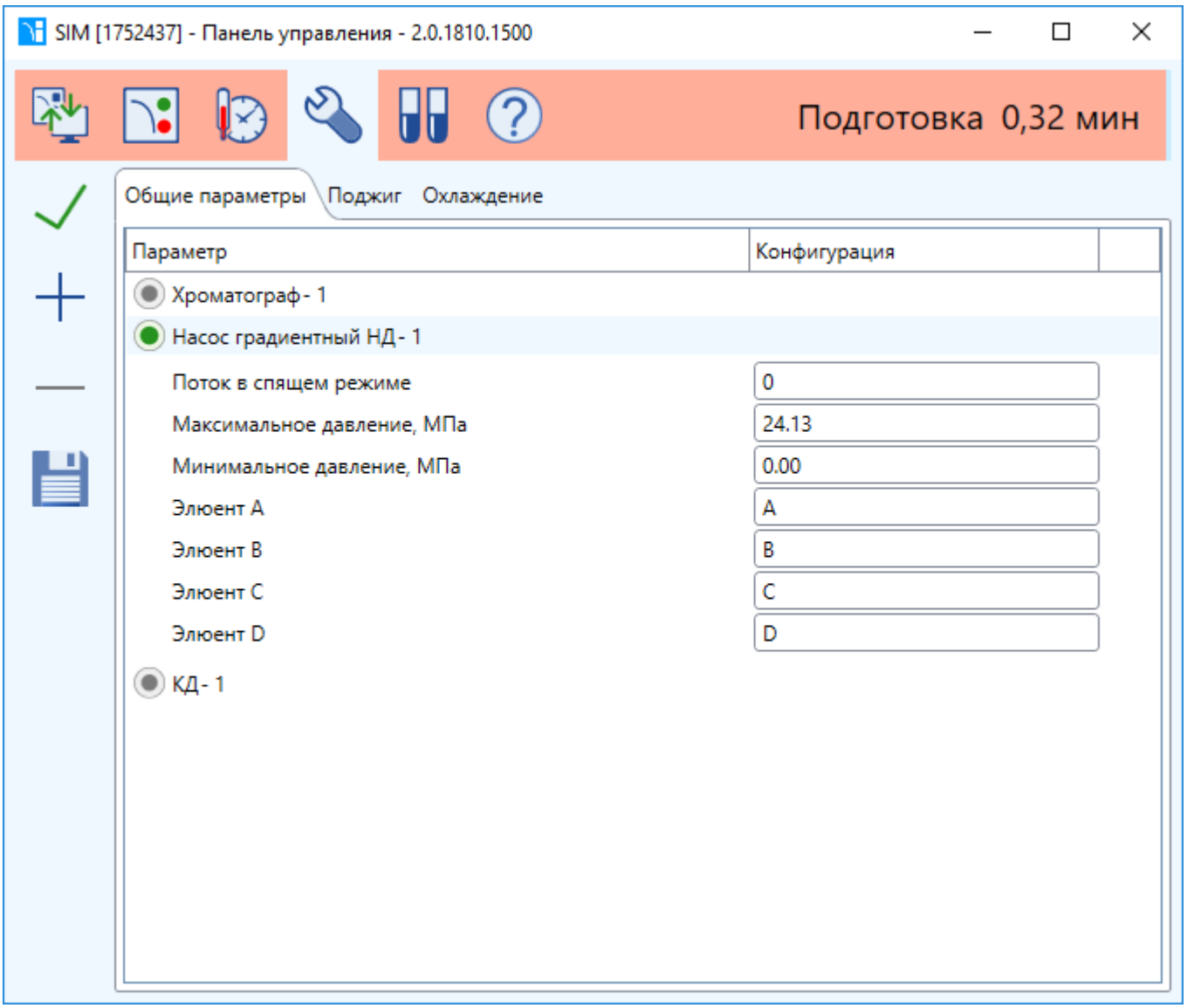


Рисунок 3.14 – Параметры насоса градиентного

3.5.2 Термостат колонок

Максимальная температура. Если указано, следует задать паспортное значение температуры колонки (рекомендуется задавать температуру на 10-20 °С ниже паспортной). При её превышении (из-за неправильного задания или какой-либо аварии) хроматограф начинает аварийное охлаждение.

Минимальная температура. Установите минимальную температуру сеанса.

Раздельное термостатирование. Установите данный параметр для независимой работы термостатируемых платформ.

3.5.3 Детекторы

Хроматограф "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" может быть укомплектован следующими детекторами:

- Рефрактометрический детектор
- Спектрофотометрический детектор
- Диодно-матричный детектор
- Кондуктометрический детектор

3.5.3.1 Рефрактометрический детектор

Частота. Частота сбора данных оказывает влияние на информативность хроматограммы. Чем выше частота, тем более узкие пики могут быть обнаружены, но и тем выше уровень шумов. Оптимальный диапазон значений 2-5 Гц

Промывка. Включение режима промывки сравнительной ячейки. Функция дублируется кнопкой на боковой панели для быстрого доступа.

Полярность. Установите эту опцию, если на хроматограмме все пики отрицательные (обратные).

Авто ноль. Установите эту опцию для автоматической установки ноля базовой линии при старте анализа.

3.5.3.2 Спектрофотометрический детектор

Частота. Частота сбора данных задается в диапазоне 1-50 Гц. Оптимальный диапазон значений 2-5 Гц.

При использовании двухволнового режима частота должна быть установлена 1 Гц во избежание появления "лесенок на хроматограмме".

Фильтр данных. Выберите фильтрацию данных в соответствии с методикой анализа. Оптимальное значение – "Скользящее среднее".

Автоматическое смещение СФД. Выберите событие, при котором включается автоматические смещение нулевой линии. Возможные варианты "Нет", "Смена длины волны", "Смена полярности".

3.5.3.3 Диодно-матричный детектор

Оптимальные параметры конфигурации предварительно настроены на заводе-изготовителе, и, как правило, в дальнейшем не меняются. Наиболее важные параметры детектора:

Частота. Частота сбора данных оказывает влияние на информативность хроматограммы. Чем выше частота, тем более узкие пики могут быть обнаружены, но и тем выше уровень шумов. Оптимальный диапазон значений 2-5 Гц.

Фильтр. Выбор фильтра для обработки сигнала. Значение по умолчанию "Bessel" является оптимальным.

Сбор данных. Выбор режима работы детектора. Значение "PDA Absorbance Transmission" позволяет записывать весь спектр. Рекомендуется использовать данный параметр для работы.

Ширина полосы. Установка диапазона длин волн для усреднения сигнала. Увеличение значения повышает чувствительность детектора, но уменьшает разрешающую способность.

Время отклика. Изменение времени отклика детектора в диапазоне от 0.1 до 9.9 секунд. Рекомендуемое значение – 1 с.

Остальные параметры используются для работы с аналоговыми выходами детектора и их редактирование не требуется в случае подключения детектора к ПО "Хроматэк Аналитик".

Дополнительно о диодно-матричном детекторе см. раздел – Работа со спектром диодно-матричного детектора.

3.5.3.4 Кондуктометрический детектор

Частота, Гц. Частота сбора данных детектора. Параметр может принимать значения 25, 10, 5 и 1 Гц. Частота сбора данных определяет количество измерений сигнала в секунду, которые будет выполнять детектор в процессе анализа. Значение частоты сбора данных оказывает влияние на амплитуду флуктуационных шумов детектора.

Смещение сигнала. Смещение уровня сигнала на аналоговом выходе детектора. Предназначено для компенсации фона детектора, вызванного наличием фоновой электропроводности при работе с планшетным самописцем. Значение смещения сигнала задается в диапазоне 0 – 20% от текущего рабочего диапазона.

Постоянная времени (τ). Постоянная времени встроенного цифрового фильтра. Постоянная времени может принимать значения 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 с. Параметры "Частота" и "Постоянная времени" являются зависимыми, поэтому возможны не все комбинации при установке этих параметров. Параметр "Постоянная времени" имеет приоритет.

Таблица 3.1 – Возможные комбинации параметров "Постоянная времени" и "Частота"

	25 Гц	**10 Гц**	**5 Гц**	**1 Гц**
0,1 с		+	+	+
0,5 с			+	+
1,0 с				+
2,0 с				

Например, если задано значение постоянной времени 0,5 с, то частота сбора данных может принимать значения 25 Гц и 10 Гц, при попытке установить частоту 5 Гц она автоматически изменится ближайшее разрешенное значение (10 Гц).

Инверсия. Инверсия сигнала детектора.

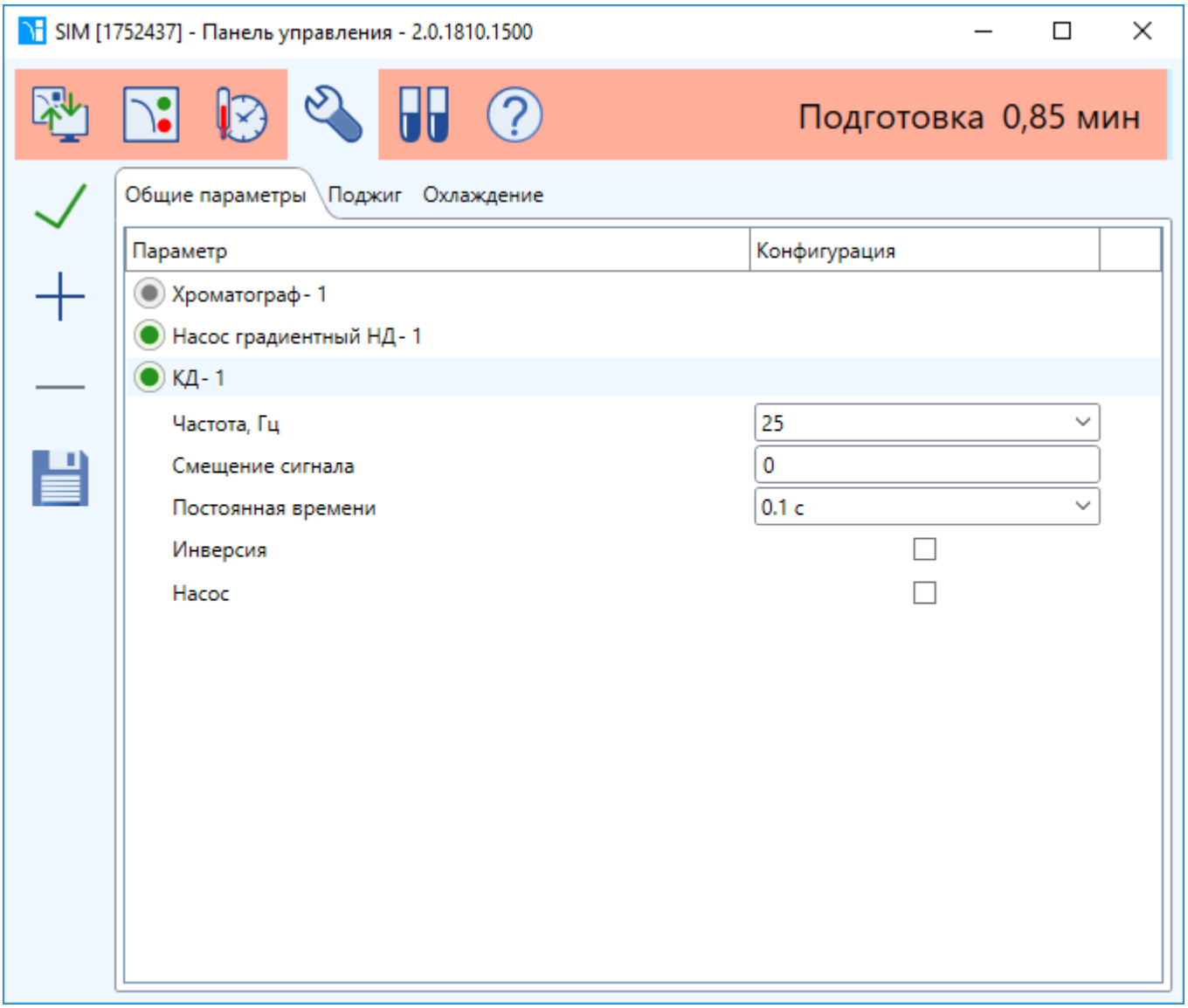


Рисунок 3.15 – Параметры кондуктометрического детектора

3.6 Задание режима. Общие сведения



Нажмите кнопку **Режим**. На экране появится диалог задания параметров режима анализа.

Режим анализа так же называется **инструментальным методом**.



Если вы ранее уже сохранили режим хроматографа и хотите его открыть для редактирования – нажмите кнопку **Открыть** и выберите нужный файл.

Диалог содержит две закладки:

Анализ. Здесь задаются режимы работы узлов хроматографа на этапе "Анализ". Некоторые параметры могут изменяться по заданной программе.

Продувка. Здесь задаются режимы работы тех же узлов на этапе "Продувка". Данный этап наступает после окончания анализа (если время продувки не равно нулю). Параметры на данной закладке задавать не обязательно. Если значение какого-либо параметра равно нулю, это означает, что он не будет изменяться на этапе "Продувка", останется значение, заданное для анализа.

Настройка режима представляет собой последовательное задание параметров устройств хроматографа в соответствии с требованиями вашей методики анализа. Кнопки на боковой панели инструментов позволяют для каждого, входящего в состав хроматографа устройства, открыть соответствующий раздел параметров режима.

Некоторые устройства или их параметры, описанные ниже, могут отсутствовать в вашем хроматографе. Список устройств и параметров режима зависит от модели хроматографа, типа установленного в нем процессорного модуля, а также от конфигурации хроматографа, которая формируется по заказу.

Настройка параметров режима выполняется в соответствии с требованиями методики, по которой проводится анализ – ГОСТ, ISO, ASTM, ПНД Ф, МВИ, СТО, СТП и т.п.

Параметры пламенных детекторов зависят от модели детектора и задаются в соответствии с рекомендациями руководства по эксплуатации.

3.7 Режим ГХ и МСД (ПМЗ)

3.7.1 Неавтоматические устройства ввода

Неавтоматические устройства ввода, в отличие от автодозаторов, не могут самостоятельно выполнять последовательности анализов. Располагаются они вне хроматографа, подключаются к нему по интерфейсу RS-232.

К неавтоматическим устройствам ввода относятся:

- Термодесорбер двухстадийный.
- Испаритель пиролитический.
- Дозатор равновесного пара (СКБ "Хроматэк" выпускает также автоматический дозатор равновесного пара).



В отличие от автодозаторов параметры режима для неавтоматических устройств ввода задаются в диалоге "Режим хроматографа". Для задания режима устройств ввода нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

Описание параметров режима данных устройств приведено в соответствующих руководствах по эксплуатации.

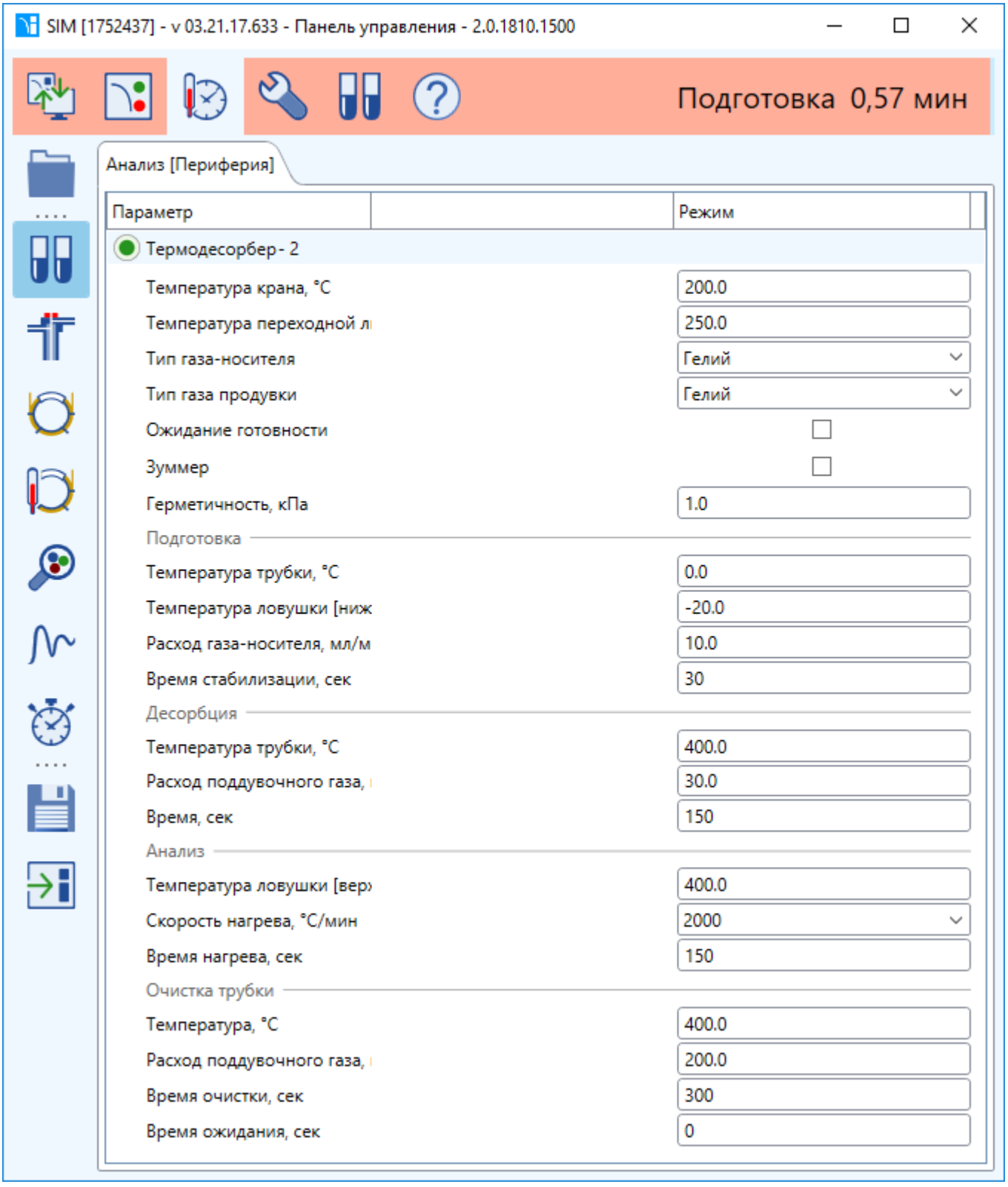


Рисунок 3.16 – Параметры термодесорбера

3.7.2 Краны


Для задания режима кранов нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте параметры:

Температура. Если кран обогреваемый, задайте его температуру, согласно требованиям методики.

Параметры, приведенные ниже, доступны только для автоматических кранов. У ручных кранов они отсутствуют. У ручного необогреваемого крана нет никаких параметров, и он отсутствует в списке устройств.

Предстарт. Если данная опция включена, на этапе "Подготовка" кран находится в позиции, отличной от заданной в конфигурации крана.

Например, к конфигурации задано начальное положение крана – Поз.Б. При передаче режима кран переключится в это положение. Когда все параметры хроматографа будут в пределах допуска, хроматограф перейдет на этап "Ожидание". На данном этапе оператор должен выполнить предстарт – нажать клавишу СТАРТ, не вводя пробу (при работе с автодозатором предстарт выполнит Планировщик).

При выполнении предстарта кран переключится в положение Поз.А.

Предстарт применяется в газовых схемах с переключениями потоков, например – при обратной продувке предколонки.

Время переключения. Устанавливает количество и время переключений крана во время анализа. Нажмите на кнопку **[...]**, чтобы открыть диалог настройки переключений (на рисунке ниже). Как минимум одно переключение у крана есть всегда, но по умолчанию оно неактивно. Для того чтобы кран переключился во время анализа, задайте время переключения и включите соответствующую галочку.


При необходимости вы можете добавить дополнительные переключения.

Время переключений задается в минутах. При работе с кранами-дозаторами время первого переключения задается равным 0 мин.

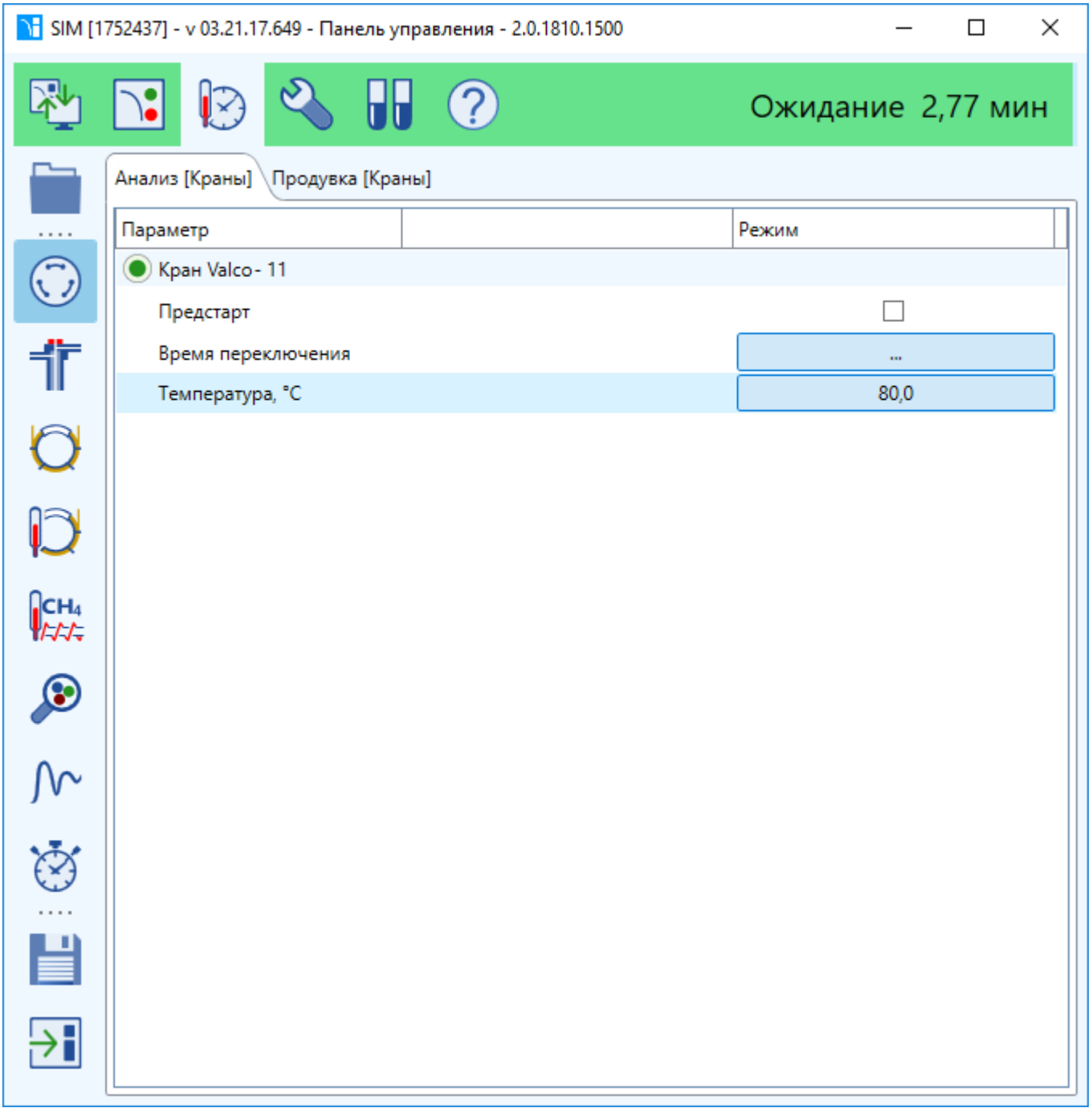


Рисунок 3.17 – Параметры кранов

Если к хроматографу подключено **автоматическое устройство переключения потоков газов с многопозиционным краном Valco**, выполните настройку его параметров в соответствии с требованиями методики и особенностями построения газовой схемы хроматографа:

1. Нажмите на кнопку **Переключение**.
2. Добавьте необходимое число переключений.
3. Задайте **время** каждого переключения в минутах. Выберите **позицию**, на которую переключится кран в указанное время на этапе **Анализ**.

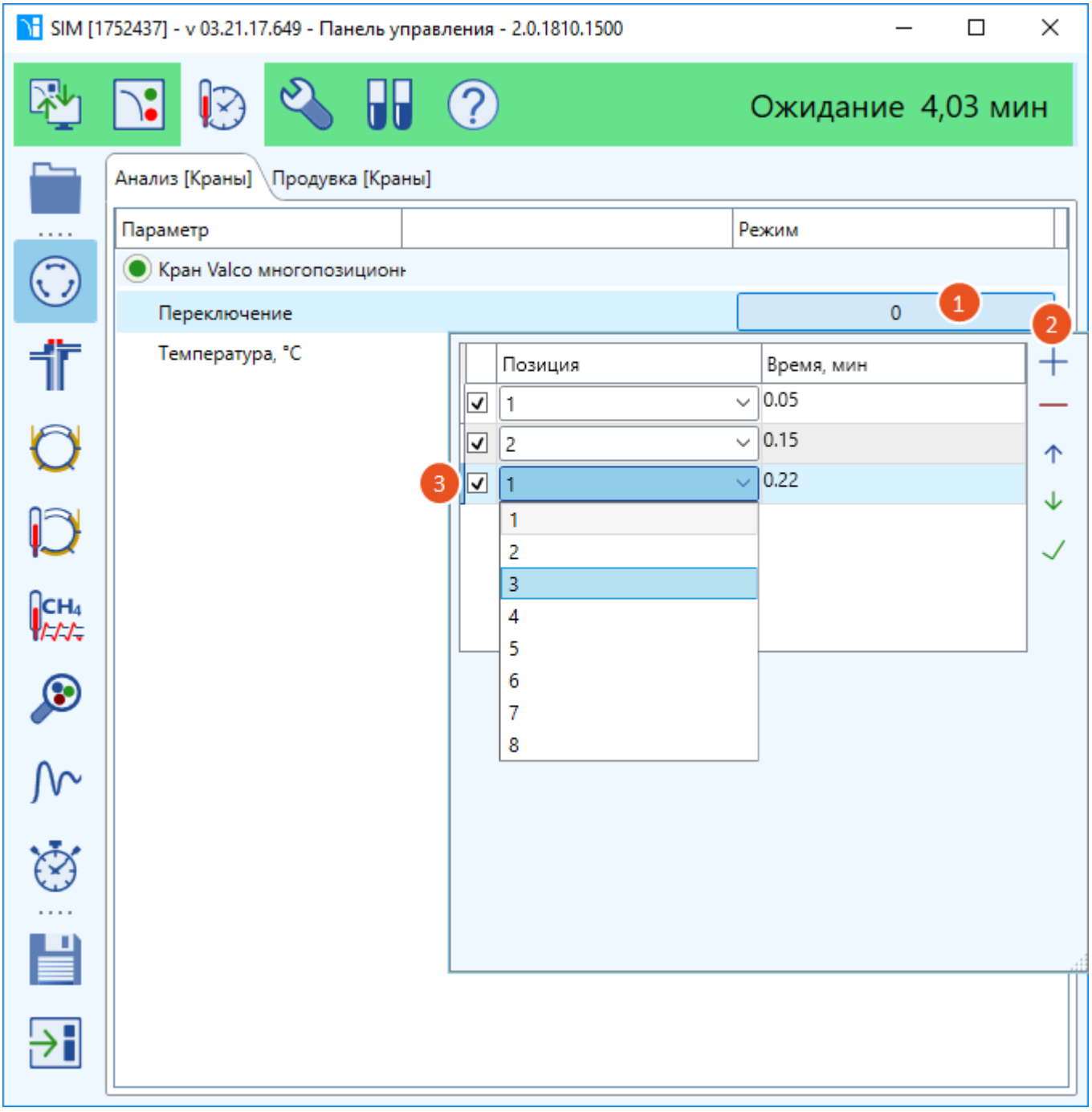


Рисунок 3.18 – Параметры крана Valco многопозиционного

3.7.3 Порты ввода пробы

Название порта ввода зависит от соответствующей настройки в конфигурации и может принимать значения:

- Испаритель насадочный.
- Испаритель капиллярный.
- Испаритель программируемый.
- Ввод газовой пробы.
- Инжектор поршневой.


Для задания режима портов ввода пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте параметры:

Температура.

Если тип порта ввода – "Ввод газовой пробы" и в его конфигурации не задан термостат, то параметр "температура" у него отсутствует.

Если тип порта ввода – "Испаритель программируемый", то поле ввода температуры для него превращается в кнопку, на которую следует нажать для задания параметров программирования температуры во время анализа.


Для добавления изотерм температурной программы нажмите соответствующую кнопку.

Если в конфигурации порта ввода доступна и включена опция **Прямой ввод в колонку**, то пользователь не может задать температуру порта ввода, поскольку в этом режиме она синхронизирована с температурой термостата колонок и задается в настройках этого устройства.

Максимальное количество ступеней программирования температуры, расходов и давлений газов – 33.

Длительность каждой ступени не ограничена.

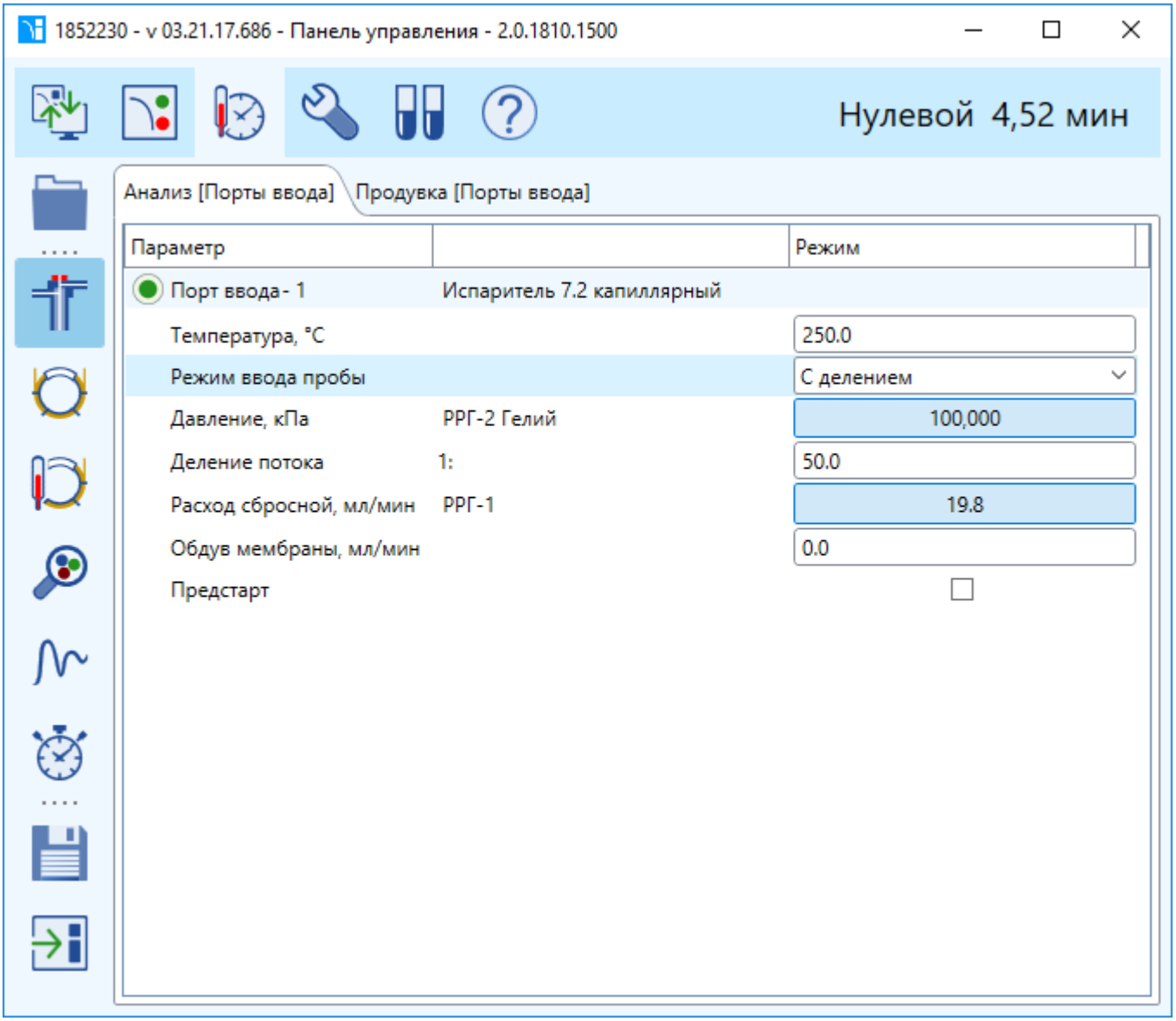


Рисунок 3.19 – Параметры портов ввода

Режим ввода пробы. Может принимать следующие значения:

- С делением. Пользователь может задать коэффициент деления пробы. При этом программа вычисляет значение сбросного расхода. Допустим и обратный процесс – пользователь задает сбросной расход, а программа вычисляет коэффициент деления пробы.
- С делением и экономией газа. При выборе данного режима к сбросному расходу добавляется еще одна ступень, по умолчанию равная 10 мл/мин. При этом длительность первой ступени (определяемой заданным коэффициентом деления) устанавливается равной 1 минуту. Значения добавленных параметров являются рекомендуемыми, но пользователь может их изменить.

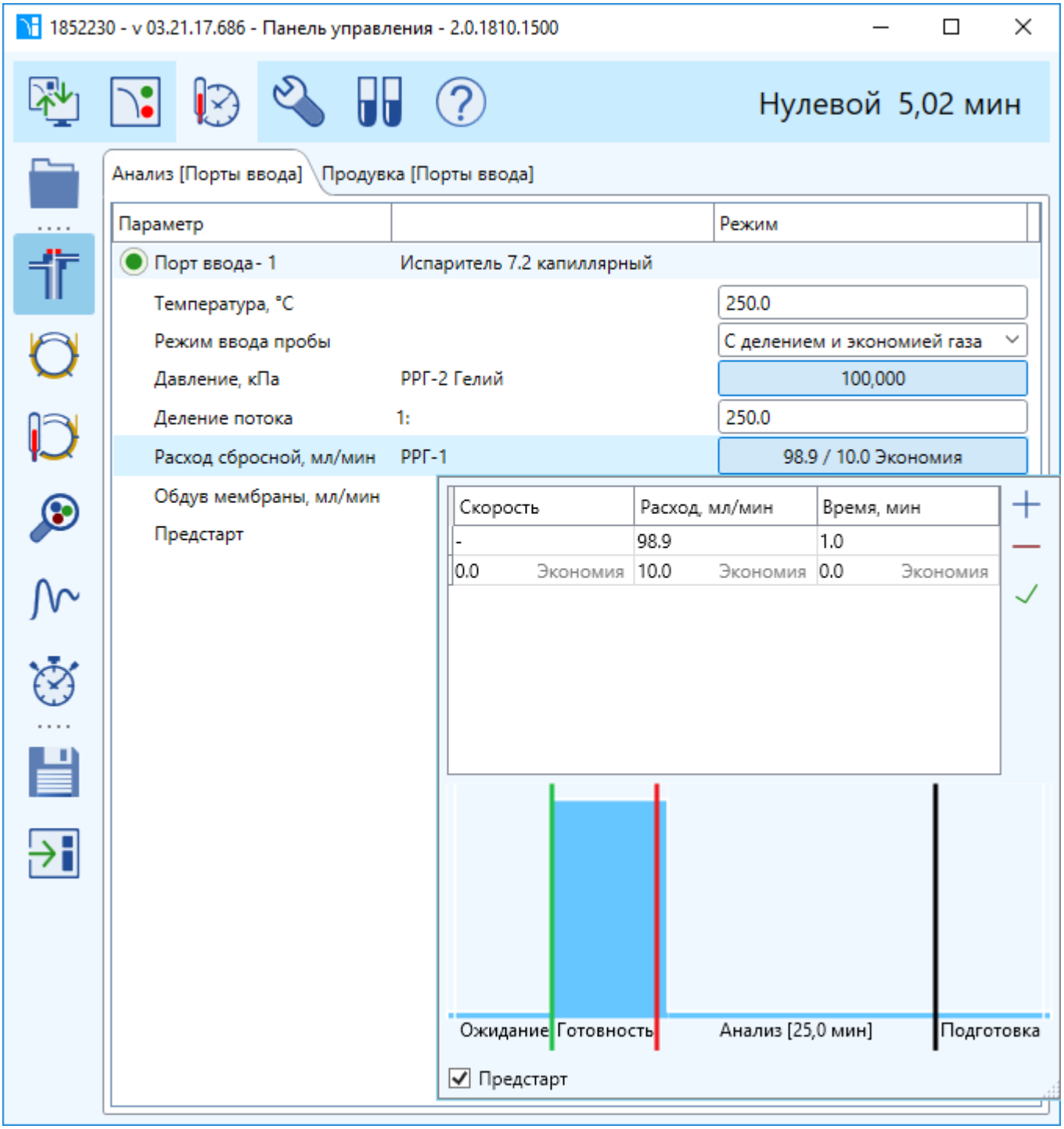


Рисунок 3.20 – Параметры портов ввода. Режим с делением и экономией

При передаче такого режима хроматограф отрабатывает последнюю ступень программирования сбросного газа. Когда все параметры хроматографа будут в пределах допуска, хроматограф перейдет на этап "Ожидание". На данном этапе оператор должен выполнить предстарт – нажать клавишу СТАРТ, не вводя пробу (при работе с автодозатором предстарт выполнит Планировщик).

При выполнении предстарта хроматограф отрабатывает первую ступень заданной программы сбросного расхода и переходит на этап "Готовность".

Когда пользователь введет пробу и нажмет СТАРТ, на этапе анализ, по истечении заданного времени будет установлен экономичный расход газа (см. рисунок ниже).

- Без деления, с экономией газа. При выборе данного режима к сбросному расходу добавляются еще две ступени программирования. Значения параметров устанавливаются, как показано на рисунке ниже.

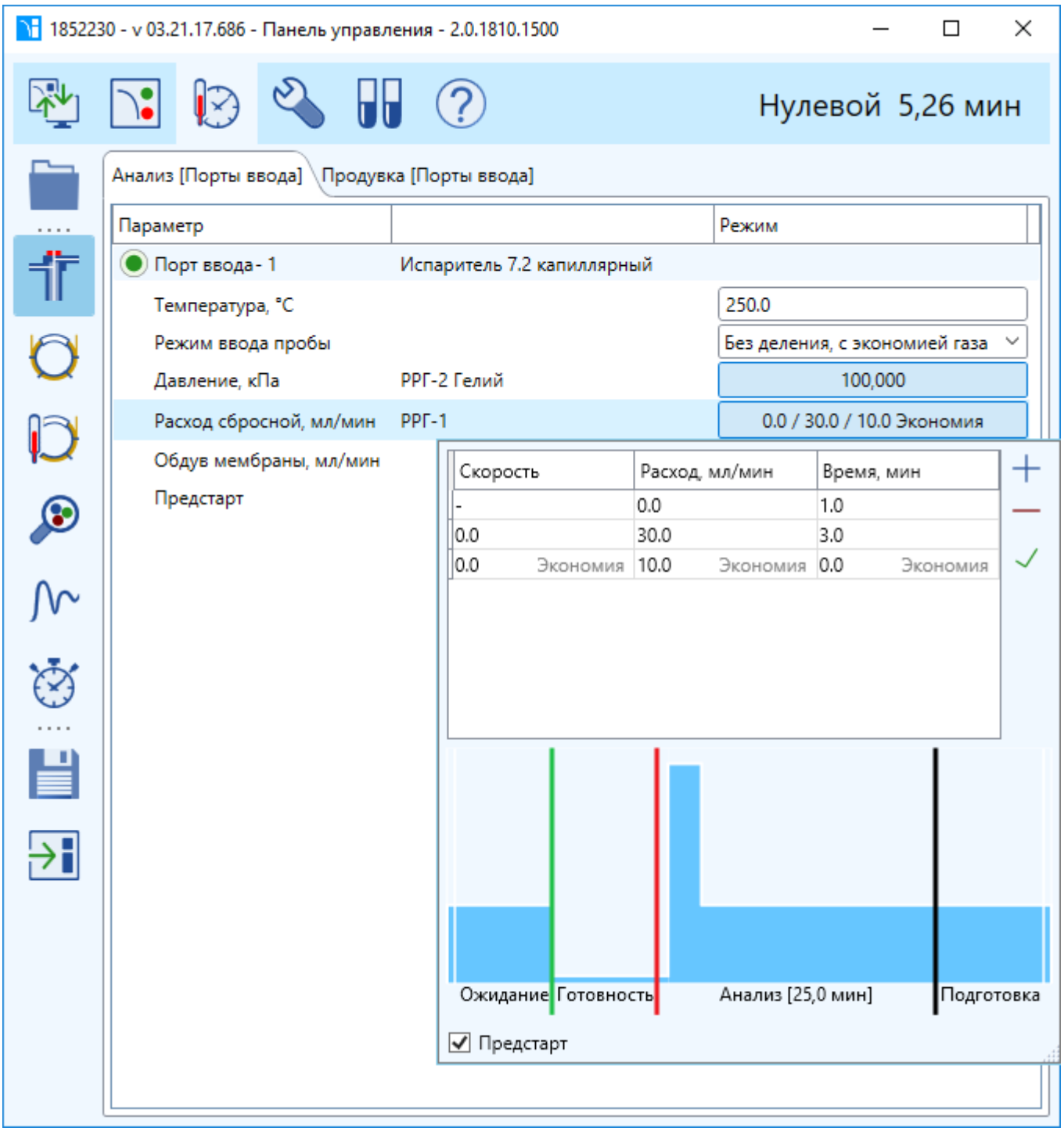


Рисунок 3.21 – Параметры портов ввода. Режим без деления с экономией

При вводе пробы без деления потока клапан газового регулятора закрыт в течение заданного времени, по истечении которого устанавливается большой сбросной расход для вентиляции линии сброса пробы. Заканчивается цикл программирования сброса заданием экономичного сбросного расхода.

Синхронно со сбросом пробы регулируется обдув мембраны.

Если в конфигурации порта ввода задана синхронизация с дополнительным клапаном, то время **первого переключения** данного клапана автоматически синхронизируется с временем первой ступени программирования сбросного расхода.

Давление. Параметр дублирует (для большего удобства) аналогичный в группе Колонки.

Обдув мембраны. Данный параметр задается, если в настройках конфигурации для соответствующего газового канала испарителя капиллярного или программируемого подключен РРГ. Если подключено пневмосопротивление или регулятор давления с механическим регулированием, то данный параметр отсутствует.

Возможна экономия расхода газа обдува мембраны, если **Режим ввода пробы** задан – **С делением и экономией**.

При работе испарителя в режиме без деления потока время начала обдува мембраны автоматически синхронизируется с временем первой ступени программирования сбросного расхода.

Расход сбросной. Если в методике указан сбросной расход напрямую, пользователь может задать его. При этом автоматически будет вычислен коэффициент деления потока.

Расход суммарный. Отображается расчётный суммарный расход газа, текущего через соответствующий РРГ. Изменить напрямую первую ступень программирования суммарного расхода нельзя, она вычисляется автоматически.

Данный параметр появляется при использовании схемы газового питания испарителя, в которой к каналу сброса пробы подключен регулятор давления РРГ-11Б. Для работы в таком режиме необходимо включить опцию регулятор давления на сбросном канале в экспертных настройках конфигурации.

Для данной газовой схемы недоступен режим без деления потока (splitless).

Деление потока. Задается в соответствии с требованиями методики, при этом программа автоматически вычисляет сбросной расход.

Режим ввода большого объёма растворителя

При работе с программируемым испарителем доступна функция ввода большого объёма растворителя. Если соответствующая опция включена в конфигурации, в режиме появляется кнопка вызова калькулятора отдувки растворителя.

1. Нажмите на кнопку – **Калькулятор отдувки**.
2. Выберите растворитель.
3. Задайте параметры режима ввода большого объёма пробы.
4. Нажмите **ОК**.

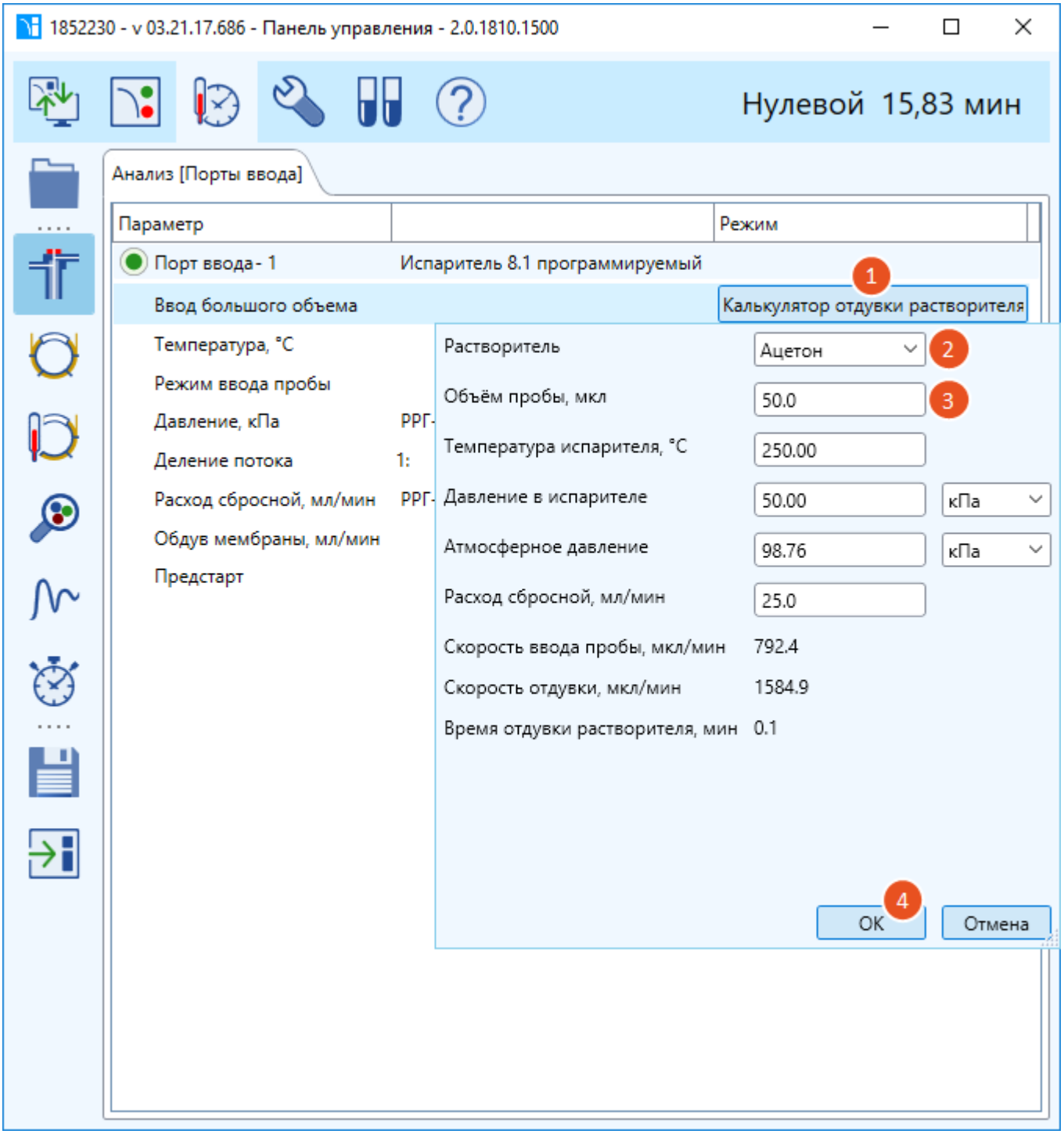


Рисунок 3.22 – Калькулятор отдувки растворителя

Результат работы калькулятора отдувки:

1. Параметры программирования температуры.
2. Параметры программирования сбросного расхода

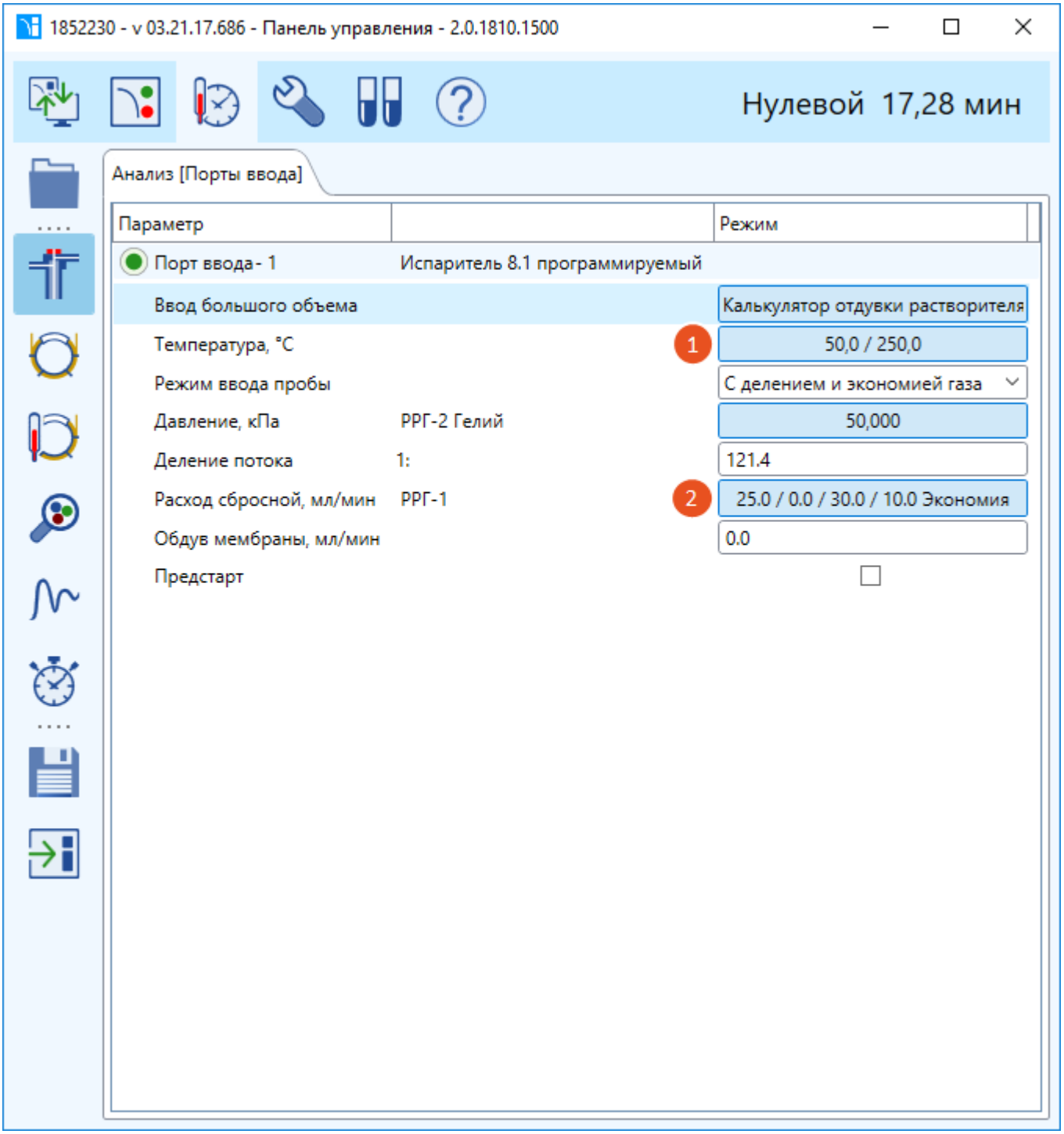


Рисунок 3.23 – Результат работы калькулятора отдувки

3.7.4 Колонки

Для задания режима колонок пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов. В соответствии с требованиями методики задайте **Режим газа-носителя**. Может принимать значения:

- Постоянное давление.
- Постоянная скорость.
- Постоянный поток.

Далее, при работе с капиллярной колонкой задайте значение выбранного параметра (давление, скорость или поток). Два других параметра рассчитывает программа и выводит их значения для справки.

При работе с насадочной колонкой задайте расход газа-носителя.

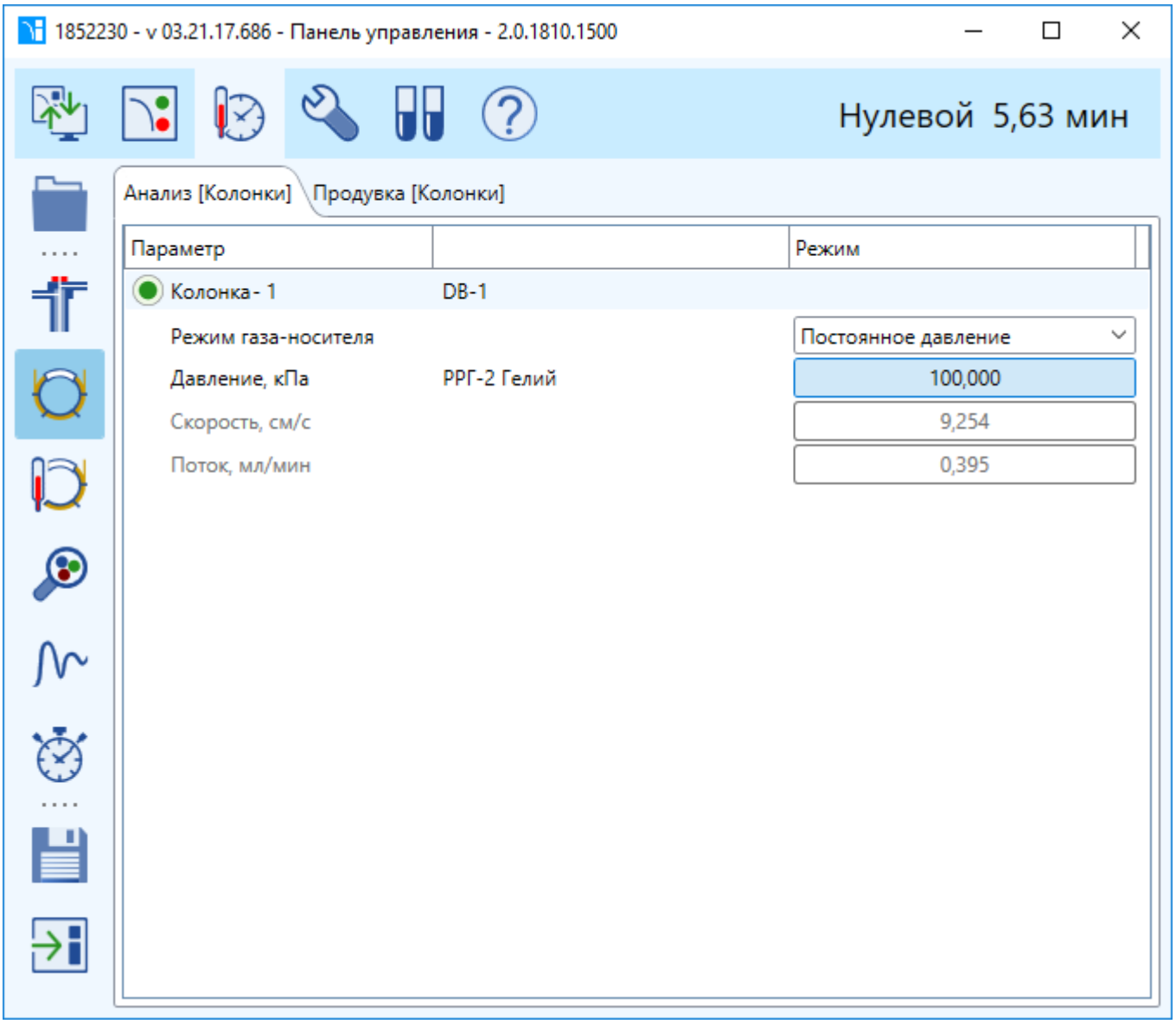


Рисунок 3.24 – Параметры колонок

3.7.5 Параметры переключателей потока (клапанов)

В разделе "Колонки" так же задаются параметры переключателей потока – **клапанов**.

Параметры **предстарт** и **время переключения** для клапанов полностью аналогичны таким же параметрам кранов.

Дополнительно у клапана может быть задано давление или расход газа, если в газовой схеме переключения потока помимо клапана задействован (указан в настройках конфигурации) РРГ.

Например, давление задается для переключения потоков в системе Дина.

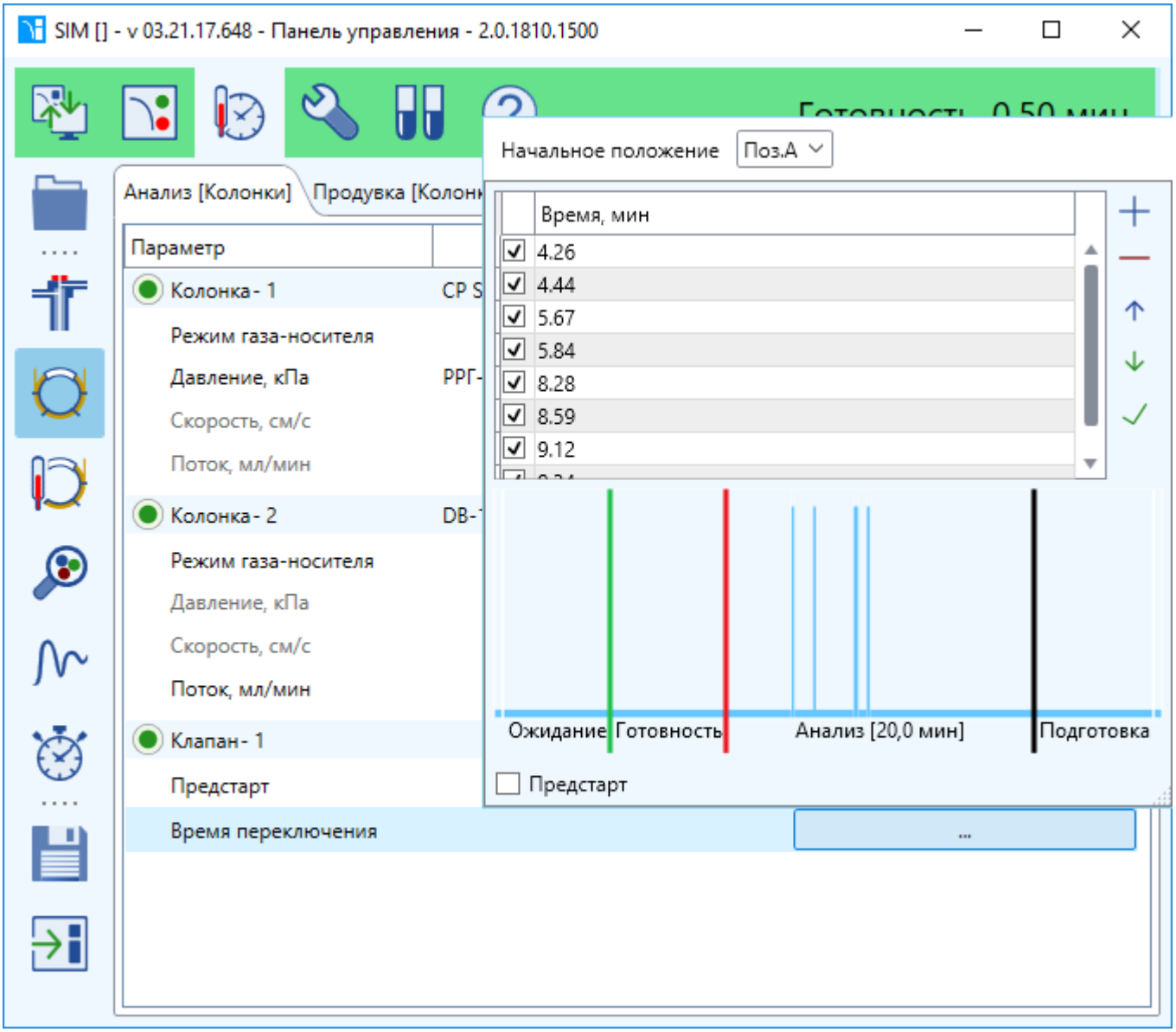


Рисунок 3.25 – Параметры переключателей потока (клапанов)

3.7.6 Термостат колонок

Для задания режима термостата колонок пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте температуру термостата.

Суммарное время программирования температуры (время всех ступеней плюс время на нагрев) определяет длительность анализа.

Программирование возможно задавать, как с повышением, так и с понижением температуры.

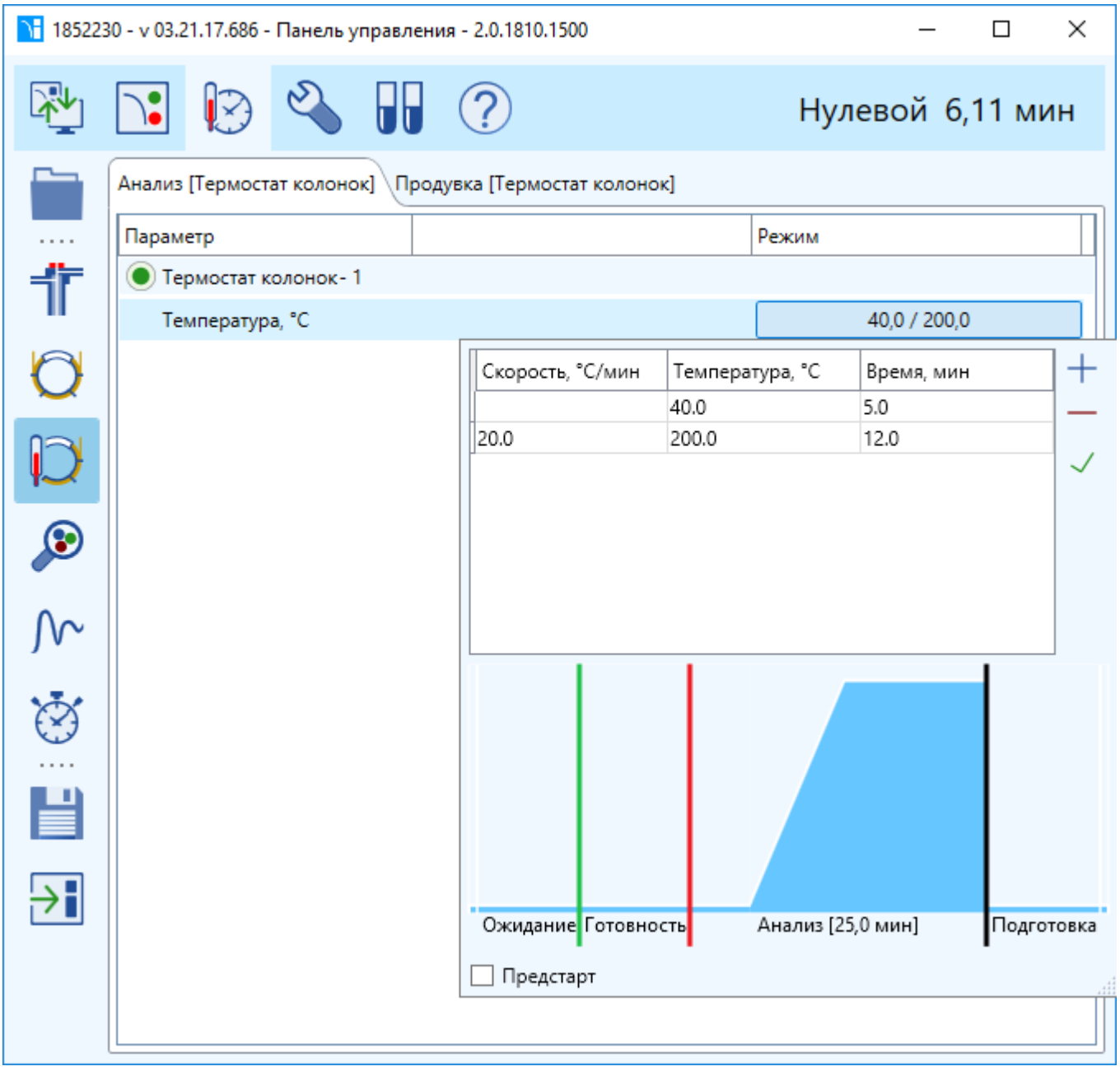


Рисунок 3.26 – Параметры термостата колонок

Максимальное количество ступеней программирования – 33. Длительность ступени не ограничена.

3.7.7 Метанаторы

Для задания режима метанатора пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

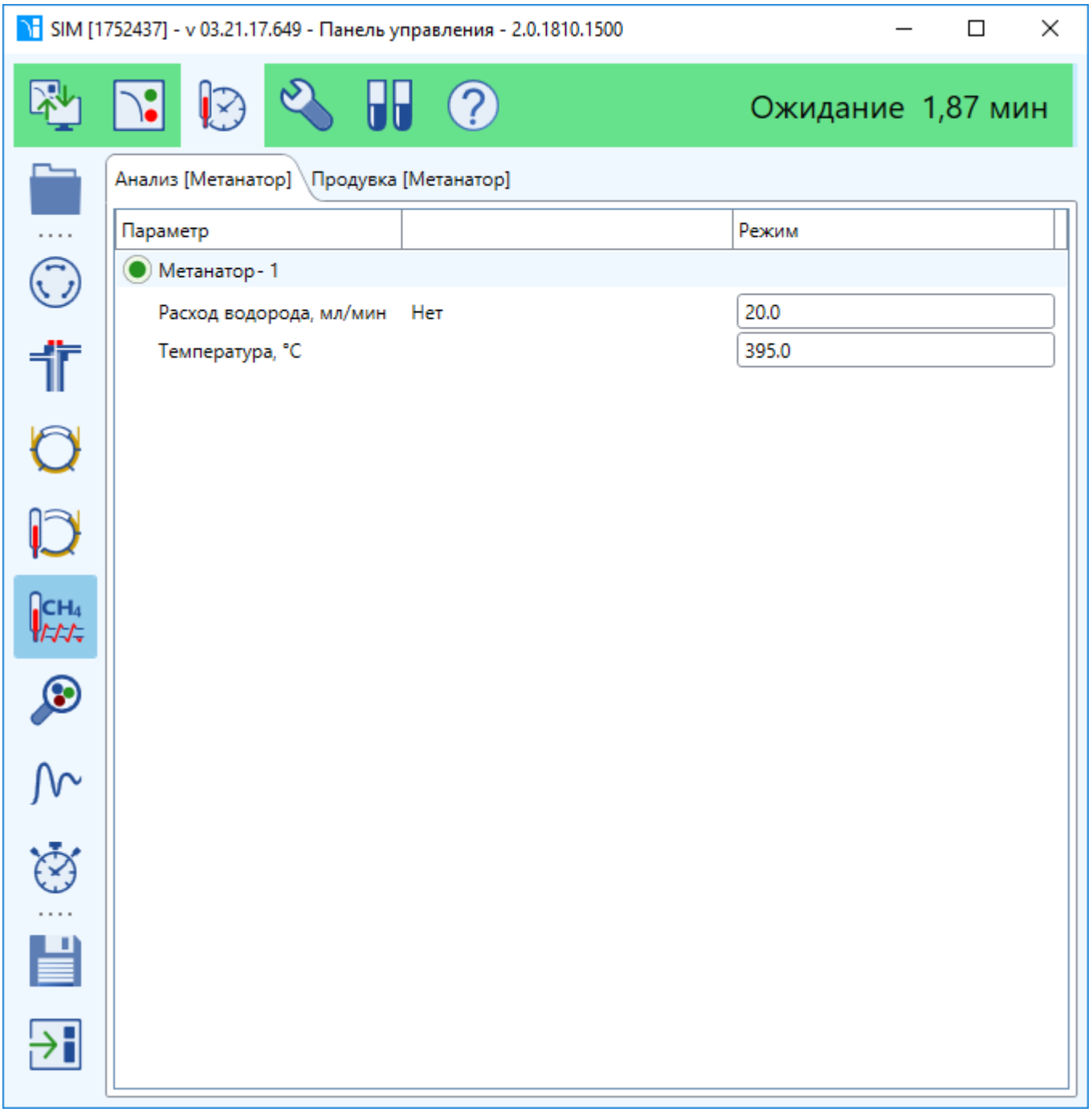


Рисунок 3.27 – Параметры метанатора

3.7.8 Детекторы


Для задания режима детекторов пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте параметры:

Температура. Параметр присутствует у всех детекторов.

Расход водорода. Параметр характерен для пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД.

Расход воздуха. Параметр характерен для пламенных детекторов ПИД, ТИД, ПФД.

Расход (или давление) поддувного газа. Параметр доступен у детекторов ПИД, ТИД, ЭЗД, ФИД, ДТП (при работе с капиллярной колонкой), ДТХ.

Расход газа сравнения. Параметр доступен у детекторов ДТП.

Программирование включения лампы. Параметр доступен у детекторов ФИД. Здесь задаются времена включения и выключения лампы ФИД. Диалог включения/выключения лампы аналогичен диалогу переключения клапана.

Время включения лампы и выхода её на режим составляет не более 5 секунд, поэтому целесообразно использовать лампу только для анализа целевых компонентов, это существенно продлит срок службы лампы. В другое время лампа должна быть выключена.

Таблица 3.2 – Рекомендуемые значения для расходов воздуха и водорода

Параметр	**ПИД**	**ТИД**	**ПФД**
Расход водорода, мл/мин	20-30	10-15	140
Расход воздуха, мл/мин	200-300	200	40

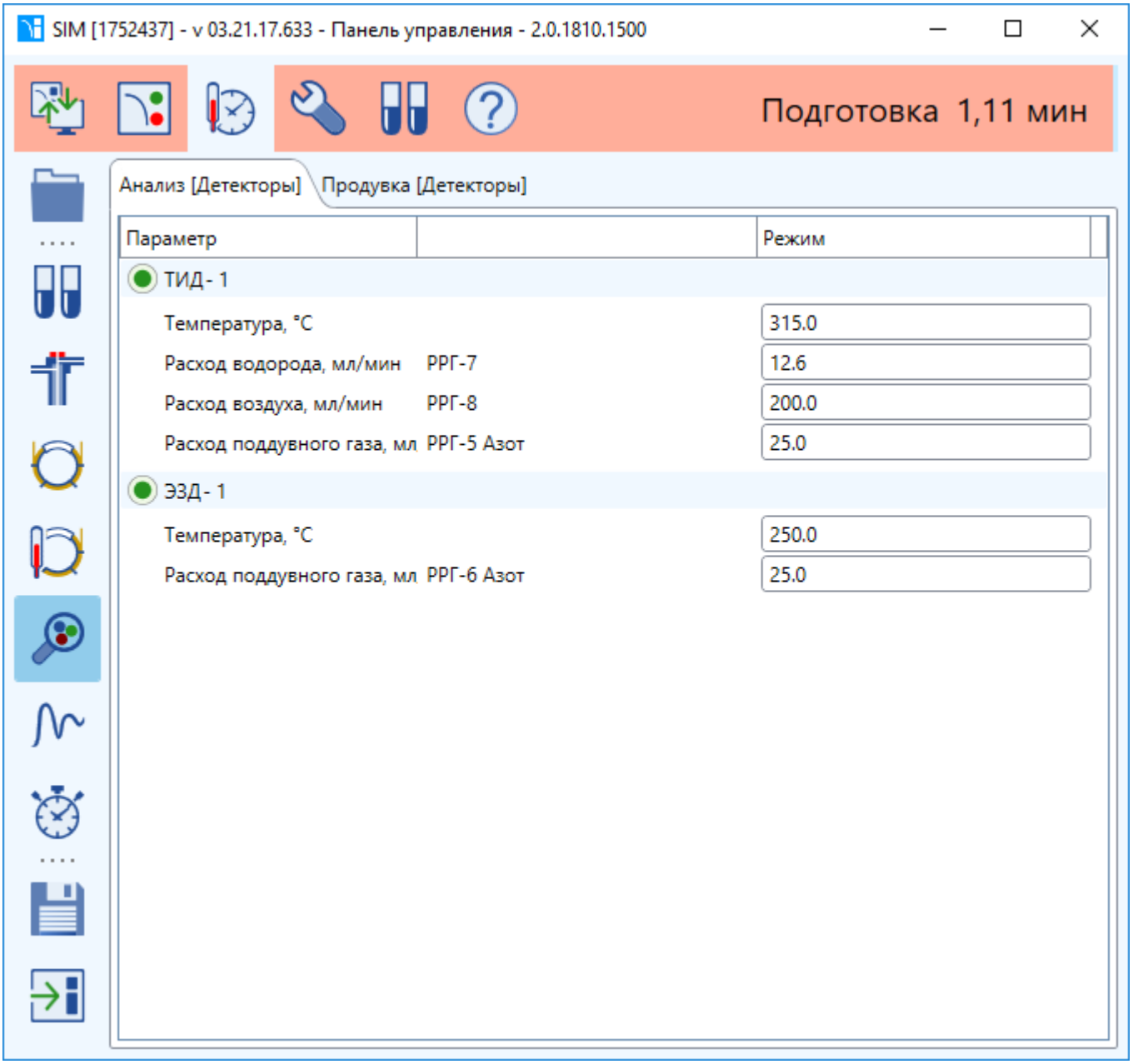


Рисунок 3.28 – Параметры детекторов

3.7.9 Масс-спектрометрический детектор (МСД)

 Для задания режима МСД пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

Кнопка **Режим** – задаются параметры работы МСД, не относящиеся к сканированию:

Температура источника ионов. Задается температура источника ионов до 350°С.

Температура переходной линии. Задается температура переходной линии до 400°С.

Ширина окна (доступна для типа сканирования SIM). Задается диапазон сканирования масс в режиме SIM. Допустимые значения от 0.1 до 10.

Время анализа, мин. Задается длительность анализа для МСД. Варианты выбора:

- Хроматограф – значение берется из режима хроматографа.
- Прямой ввод – значение берется из режима устройства прямого ввода.
- Пользовательская – значение задается пользователем непосредственно в окне ввода слева.

Тип ионизации (доступно, если на МСД установлена опция ХИ). Выбор типа ионизации: электронная или химическая.

Газ-реагент (доступно, если на МСД установлена опция ХИ). Задается тип и поток газа-реагента.

Выбирается тип газа-реагента из списка:

- Нет (в этом случае газ выключен),
- Метан,
- Изобутан,
- Углекислый газ.

Минимальное значение потока для всех типов газа 0.05 мл/мин. Максимальные значения:

- для метана – 4,7 мл/мин;
- для изобутана – 3,0 мл/мин;
- для углекислого газа – 3,0 мл/мин.

Вход газа-реагента (доступно, если на МСД установлена опция ХИ). Выбирается, из какого входа будет подаваться газ-реагент. Входы обозначены на задней стенке МСД буквами А и В.

Кнопка **Сканирование** – задаются параметры работы МСД, определяющие сканирование:

Режим сканирования. Выбирается способ задания сканирования:

- Стандартный – организация сканирования по сегментам
- Расширенный (t-SIM+Скан) – организация сканирования в зависимости от времени выхода вещества, с возможностью сканирования диапазона масс. Удобство данного типа сканирования: по окончании анализа каналы и компоненты будут созданы автоматически в соответствии с заданными параметрами режима.

Режим сканирования – **Стандартный,** информация о сегменте:

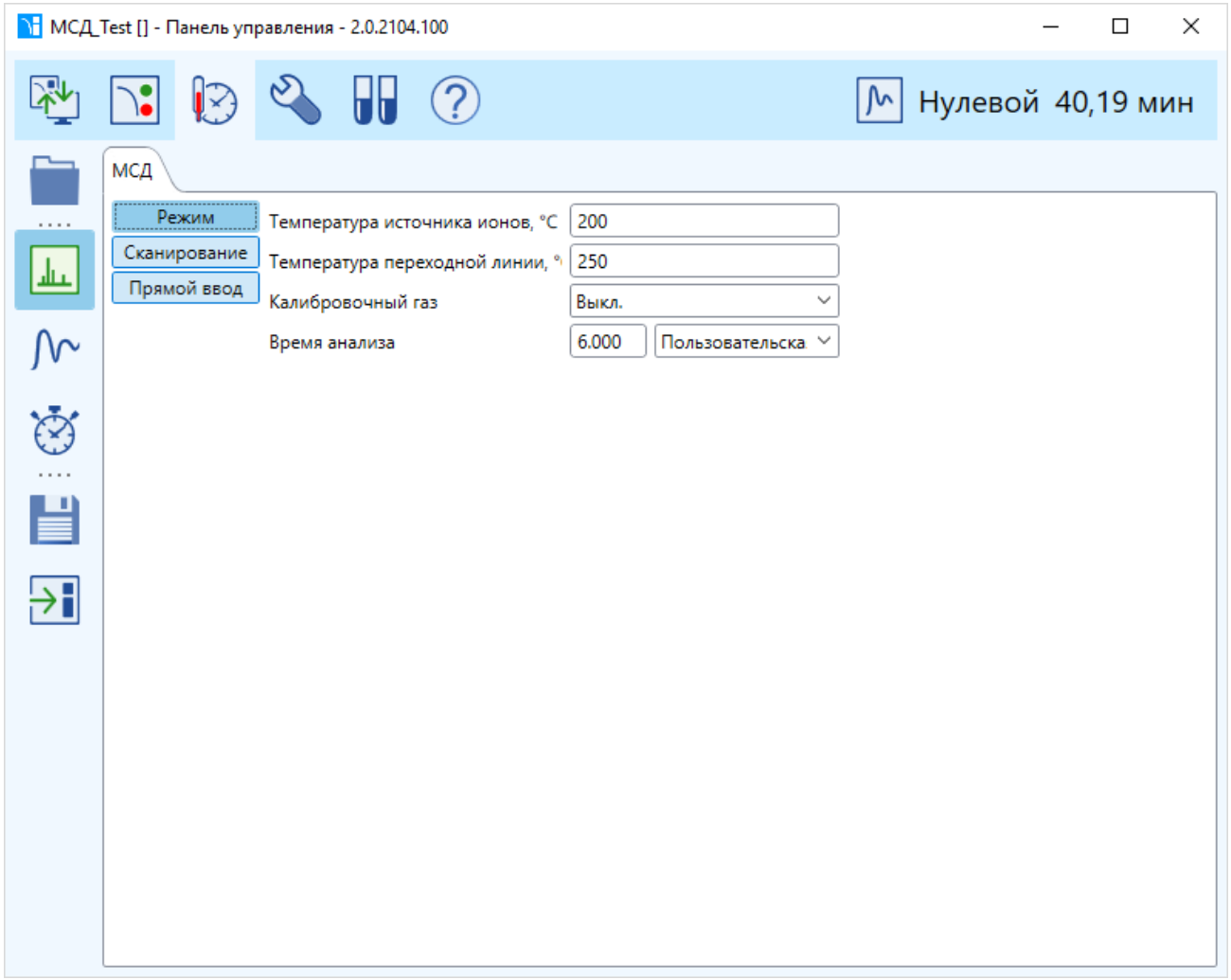


Рисунок 3.29 – Режим МСД: Режим

Сегментом является временной отрезок хроматограммы, для которого применяется одна и та же последовательность сканирований. Сегменты добавляются и удаляются кнопками **Добавить** и **Удалить**.

Время начала, мин. Время анализа, начиная с которого настройки данного сегмента вступают в силу. Первый сегмент может начинаться как с 0 мин, так и с любого другого момента (задержка на растворитель), не превышающего длительность анализа.

Катод. Определяет, выключен или включен катод в течение данного сегмента

Ток эмиссии. Задается величина тока эмиссии для данного сегмента. Допустимые значения от 0 до 500 мкА. При выборе **По настройке** задается значение тока эмиссии из файла настройки.

Усиление. Задается коэффициент усиления детектора. Допустимые значения от 10 000 до 50 000 000. При выборе **По настройке** задается значение коэффициента усиления из файла настройки.

Режим сканирования – **Стандартный,** информация о скане:

Сканом является повторяющийся процесс сканирования одной массы или диапазона масс, выполненный при заданных условиях. Сканы добавляются и удаляются кнопками **Добавить** и **Удалить**.

Тип сканирования. Диапазон масс или SIM (single ion monitoring, мониторинг выбранных ионов)

Массы. Задается диапазон масс или массы для SIM. Допустимые значения от 1 до 1200.

Длительность сканирования. Задается длительность скана в секундах. Максимальное значение 300 с. Минимальное значение зависит от диапазона сканирования и корректируется программой в случае ввода недопустимого значения.

Ширина окна (доступна для типа сканирования SIM). Задается диапазон сканирования масс в режиме SIM. Окно доступно, если в столбце **Массы** введены отдельные массы. Допустимые значения от 0.1 до 10.

Полярность (доступна для типа ионизации "химическая"). Выбирается полярность детектируемых ионов. Значения "Положительная" и "Отрицательная".

Скорость сканирования. Справочная величина. Скорость сканирования, рассчитанная, исходя из заданного диапазона масс и длительности скана.

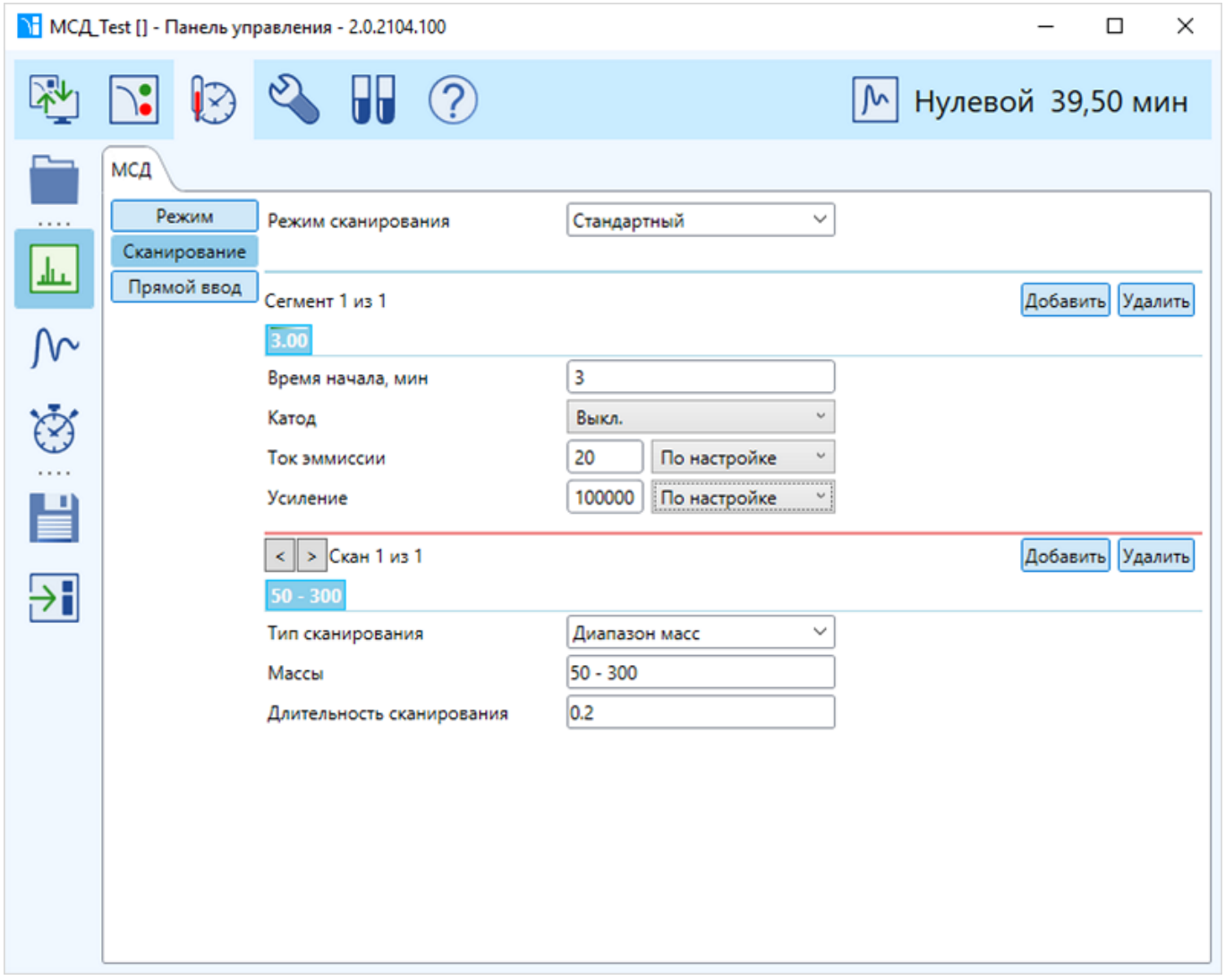


Рисунок 3.30 – Режим МСД: Сканирование, Стандартный

Режим сканирования – Расширенный (t-SIM+Скан):

Сканировать диапазон масс: доступные значения **Да** и **Нет**. При выборе **Да** становятся доступны параметры сканирования диапазона. Они аналогичны стандартному режиму сканирования. Хроматограмма, записанная для диапазона масс, предназначена только для качественного анализа и не может использоваться для создания компонентов и количественного анализа.

Большинство параметров сканирования аналогичны параметрам в Стандартном режиме. Меняется только способ задания сканов и сегментов, они задаются в таблице через описание компонентов.

Строки в таблице компонентов добавляются кнопкой **Добавить**, удаляются кнопкой **Удалить**.

Имя. Задается название компонента.

Время удерживания, мин. Задается время удерживания компонента.

Ширина окна, мин. Задается отрезок времени, на протяжении которого ожидается полный выход компонента из колонки. Например, если задано время удерживания 2 мин. и ширина окна 0.5 мин., то выход компонента ожидается на участке 1.75 – 2.25 мин, и в это время будет происходить его сканирование.

Массы. Задается одна или несколько масс. Допустимые значения от 1 до 1200. Первая масса будет использована для построения канала и для количественного анализа (т.н. Quan ion). Остальные массы используются для ионного подтверждения при идентификации компонента.

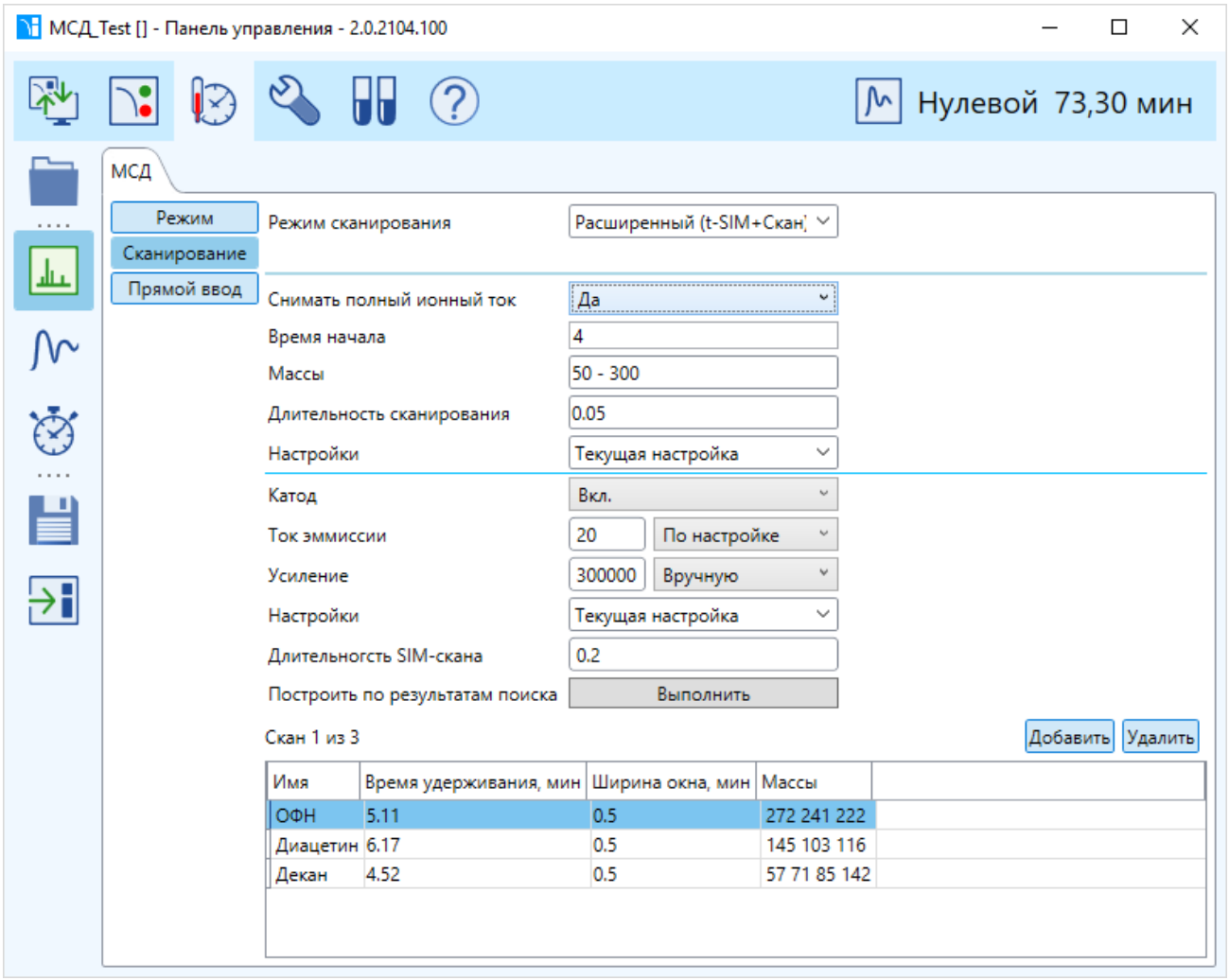


Рисунок 3.31 – Режим МСД при выборе режима сканирования "Расширенный (t-SIM+Скан)"

Кнопка **Построить по результатам поиска** позволяет автоматически заполнить таблицу компонентов с помощью данных из хроматограммы. Для этого:

- предварительно проведите анализ в режиме Скан;

- в программе Хроматэк Аналитик проведите автоматический или ручной поиск необходимых компонентов по библиотеке масс-спектров. Данные для нового метода (название, время удерживания и массы компонента) будут впоследствии экспортированы из таблицы "Результаты поиска";
- в Панели управления нажмите кнопку **Построить по результатам поиска** и укажите файл, полученный на предыдущем шаге;
- программа предложит указать количество ионов и размер окна для компонентов, после чего таблица компонентов будет заполнена автоматически;
- после автозаполнения данные можно скорректировать вручную, при необходимости.

Кнопка **Прямой ввод** – задаются параметры работы устройства прямого ввода МСД. Описание дано в документе "214.5.880.003РЭ. Устройство прямого ввода МСД. Руководство по эксплуатации".

Для удобства и ускорения при создании метода "Расширенный (t-SIM + Scan)" используется встроенная библиотека оптимальных ионов. При создании такого метода оператору приходится анализировать спектры компонентов, чтобы выбрать наиболее подходящие ионы. В библиотеке для каждого компонента уже указаны основные характеристические ионы. При обращении к библиотеке программа ищет необходимый компонент по уникальному CAS# и записывает в метод ионы, указанные для этого компонента. Обращение к библиотеке происходит в автоматическом режиме, это исключает ошибки и значительно ускоряет процесс.

Чтобы просмотреть и/или отредактировать данную библиотеку перейдите в программу "Хроматэк Навигатор". Нажмите на кнопку **Библиотека SIM ионов**.

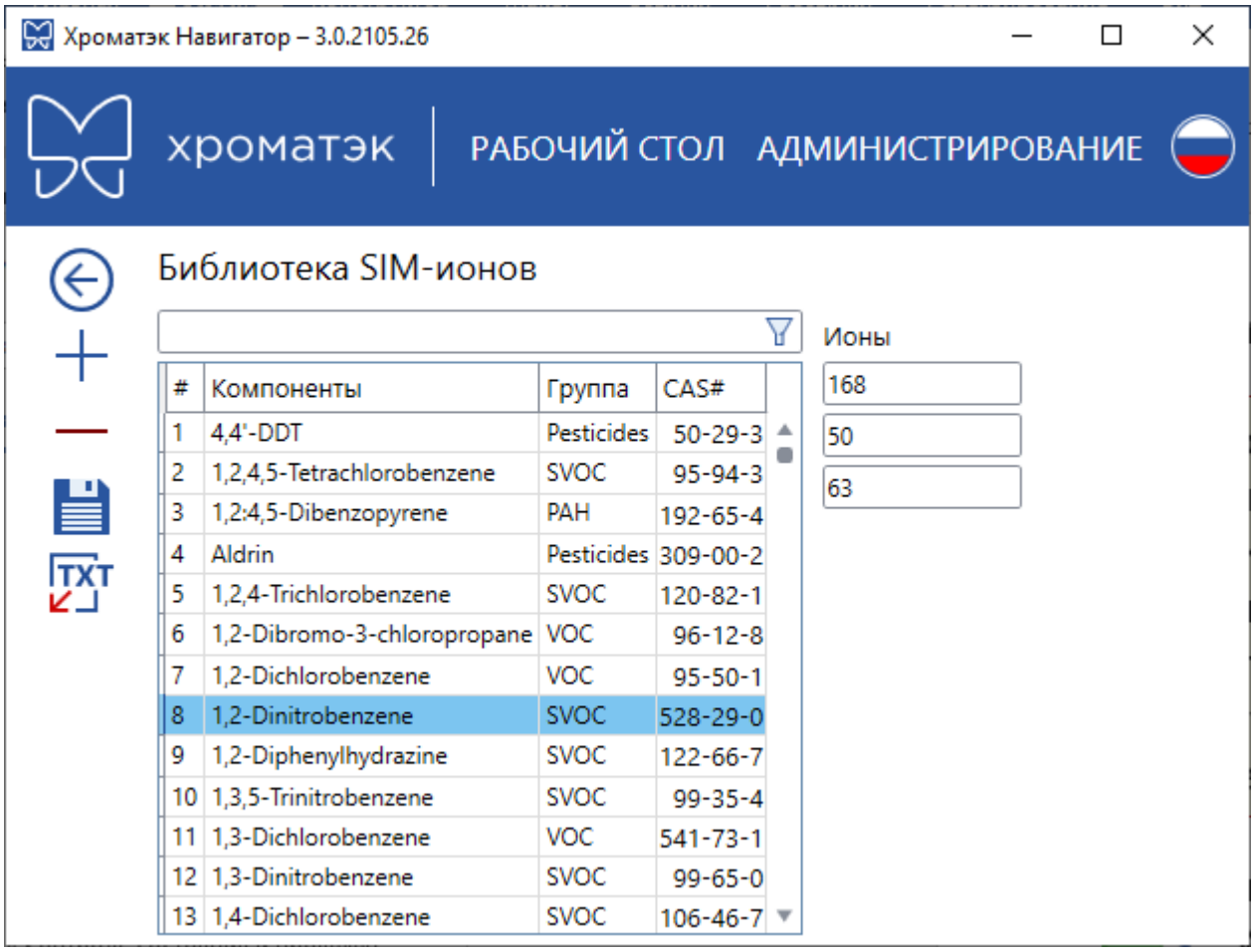


Рисунок 3.32 – Редактор библиотеки SIM ионов

3.8 Режим ГХ (ПМ2)

3.8.1 Термостаты


Для задания режима термостатов нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте температуры:

- термостата детекторов;
- термостата кранов (при наличии);
- термостата испарителей;
- термостата колонок.

Для термостатов испарителей и колонок можно задать программирование температуры. Для контроллера ПМ2 количество ступеней программирования фиксировано и равно 5. Если вам требуется задать меньшее число ступеней программирования, просто игнорируйте ненужные (см. рисунок ниже).

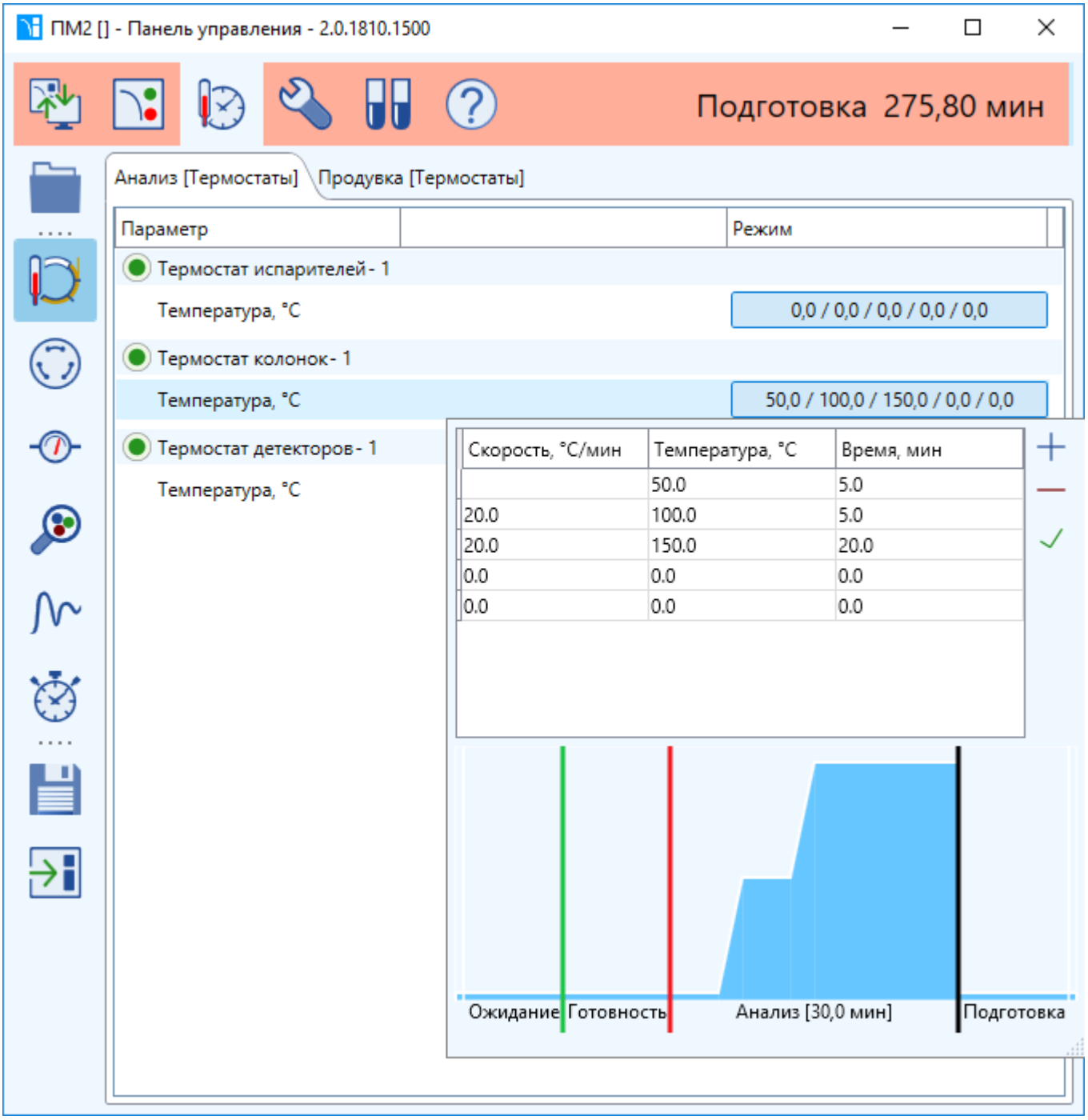


Рисунок 3.33 – Параметры термостатов

3.8.2 Краны

При наличии в хроматографе автоматических кранов перейдите в диалог их настройки, нажав соответствующую кнопку на боковой панели инструментов

.

Задайте параметры переключений в соответствии с особенностями анализа и газовой схемы хроматографа.

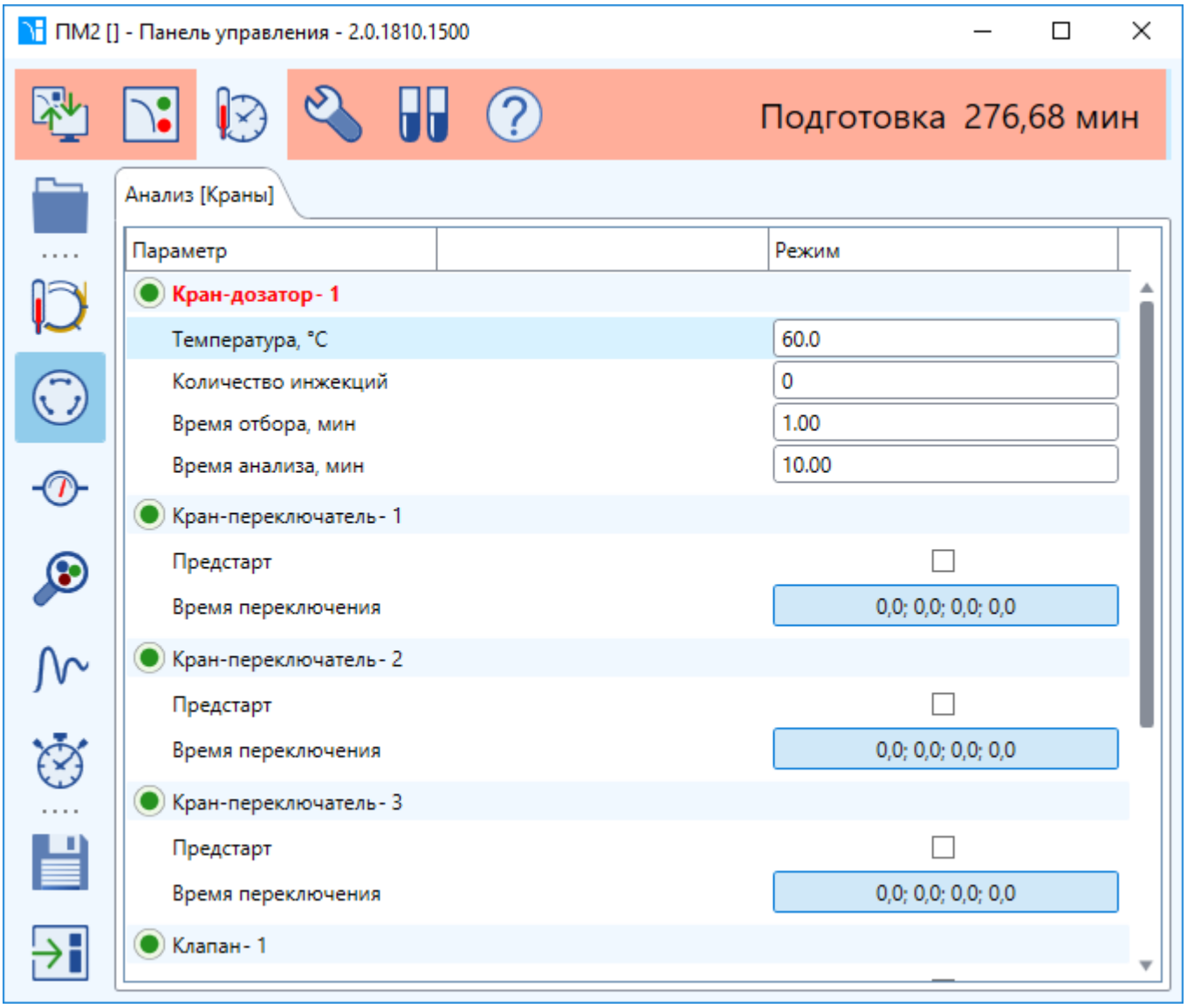


Рисунок 3.34 – Параметры кранов

3.8.3 Газы


Для задания режима газовых регуляторов нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

Для газовых регуляторов **РРГ-10** можно задать до четырех ступеней программирования расхода газа (мл/мин).

Для газовых регуляторов **РРГ-11** можно задать до четырех ступеней программирования давления газа (кПа), а также значение деления потока в испарителе.

Для работы с капиллярной колонкой используются два газовых регулятора. При этом регуляторы **Газ-1** и **Газ-3** используются для задания давления газа-носителя, а регуляторы **Газ-2** и **Газ-4** формируют расход сбросного газа.

При задании давления и величины деления потока для Газа-1 (Газа-3) изменяется расход Газа-2 (Газа-4).

При работе с большими значениями сброса пробы или в режиме без деления потока (splitless), рекомендуется добавлять для сбросного регулятора дополнительную изолинию с малым значением расхода сбросного газа.

При этом, для корректного программирования расхода по каналу сброса пробы (Газ 2 или Газ 4) необходимо, чтобы хроматограф отрабатывал первую ступень расхода непосредственно перед вводом пробы в испаритель.

Таким образом, при задании программирования расхода сбросного газа на этапе "Подготовка" будет выполняться **последняя** ступень.

Как только все параметры хроматографа приходят в пределы допуска, он переходит на этап "Ожидание готовности".

Для того, чтобы перейти на этап "Готовность", **нажмите СТАРТ, не вводя пробу**.

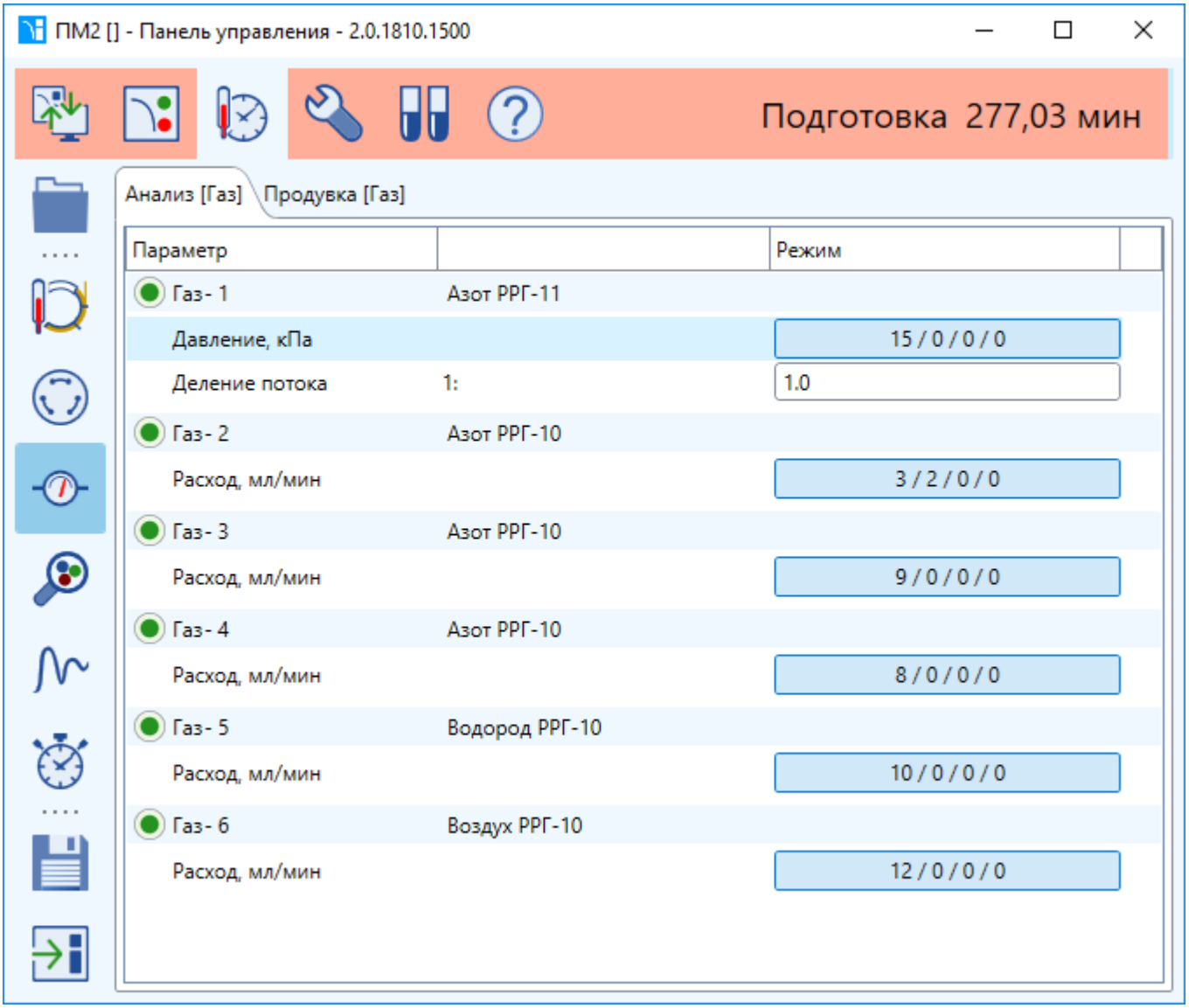


Рисунок 3.35 – Параметры газовых регуляторов

3.9 Режим ВЭЖХ

3.9.1 Насосы

Программирование элюента. Для программирования потока элюента заполните таблицу в соответствии с методикой анализа.

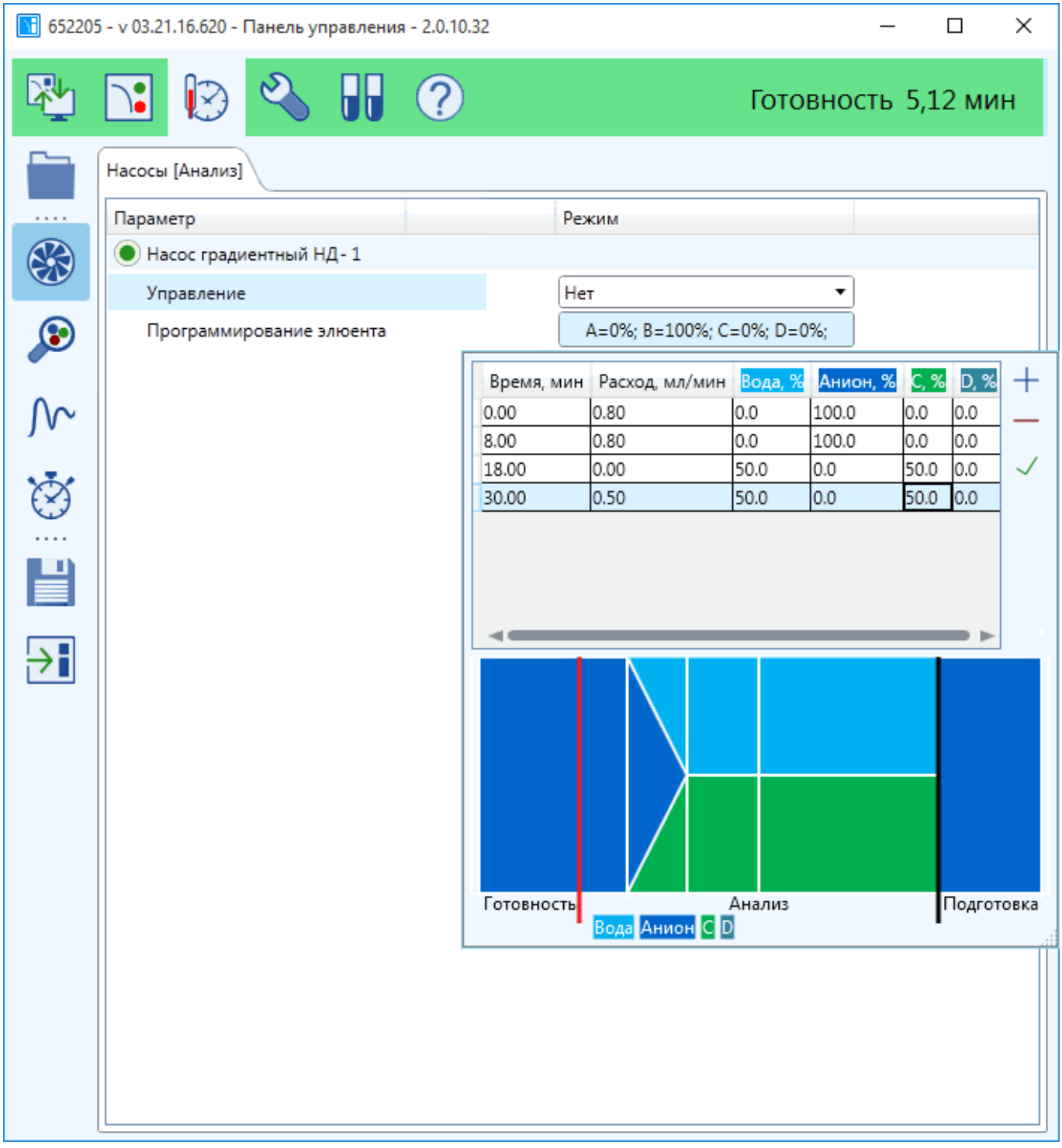


Рисунок 3.36 – Параметры насоса. Программирование элюента

Важно помнить, что по умолчанию в систему подается 100% подвижной фазы А. При передаче режима со смешиванием, соотношение для фазы А корректируется автоматически, путем вычитания из 100% соотношений других компонентов элюента.

При заполнении событий программирования элюента под таблицей формируется графическое отображение градиентной программы.

Управление. Данное меню используется для ручного задания сервисных режимов работы, в ходе рутинной работы изменение данного параметра не требуется.

Если оператор оставит время последней ступени равным 0, то ему потребуется явно указать время анализа.

3.9.2 Термостат колонок


Для задания режима термостата колонок пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте температуру термостата.

При активации режима **раздельного термостатирования** в **Конфигурации**, требуется задавать температуру для каждой платформы.

3.9.3 Детекторы


Для задания режима детекторов пробы нажмите соответствующую кнопку на боковой панели инструментов.

В соответствии с требованиями методики задайте параметры детектора (температура ячейки, в случае рефрактометрического или кондуктометрического детекторов; длины волн в случае детекторов УФ-вид и ДДМ).

Управление. Данное меню используется для ручного задания сервисных режимов работы, в ходе рутинной работы изменение данного параметра не требуется.

Длина волны. Выберите длину волны в соответствии с методикой. ПО позволяет задать переключение длины волны, а также запись сигнала на двух длинах волн в течение анализа.

Установка нуля СФД. Выберите событие, при котором детектор будет устанавливать нулевое значение сигнала, доступны варианты "Нет", "Старт анализа", "Смена длины волны" и установите постоянную времени детектора. По умолчанию установлено значение 1.

Пользователь может управлять активностью ламп. Для работы в области 190-400 рекомендуется использовать дейтериевую лампу, для работы в более длинноволновой области – вольфрамовую.

Фильтр. В соответствии с методикой, установите фильтр обработки данных, если требуется.

Установка нуля при старте. При необходимости активируйте функцию.

Диапазон. Диапазон измерения электропроводности раствора, выбирается подходящий диапазон, в соответствии с концентрациями исследуемых соединений. При уменьшении значения чувствительность детектора возрастает, однако увеличивается вероятность зашкаливания детектора.

Температура ячейки. Температура термостата кондуктометрической ячейки задается с шагом 1 °C в диапазоне 30 – 80 °C в соответствии с методикой анализа.

Установка нуля. Установка нулевого значения фонового сигнала (электронная компенсация фоновой электропроводности).

Установка нуля при старте. Автоматическая установка нулевого значения фонового сигнала при старте анализа.

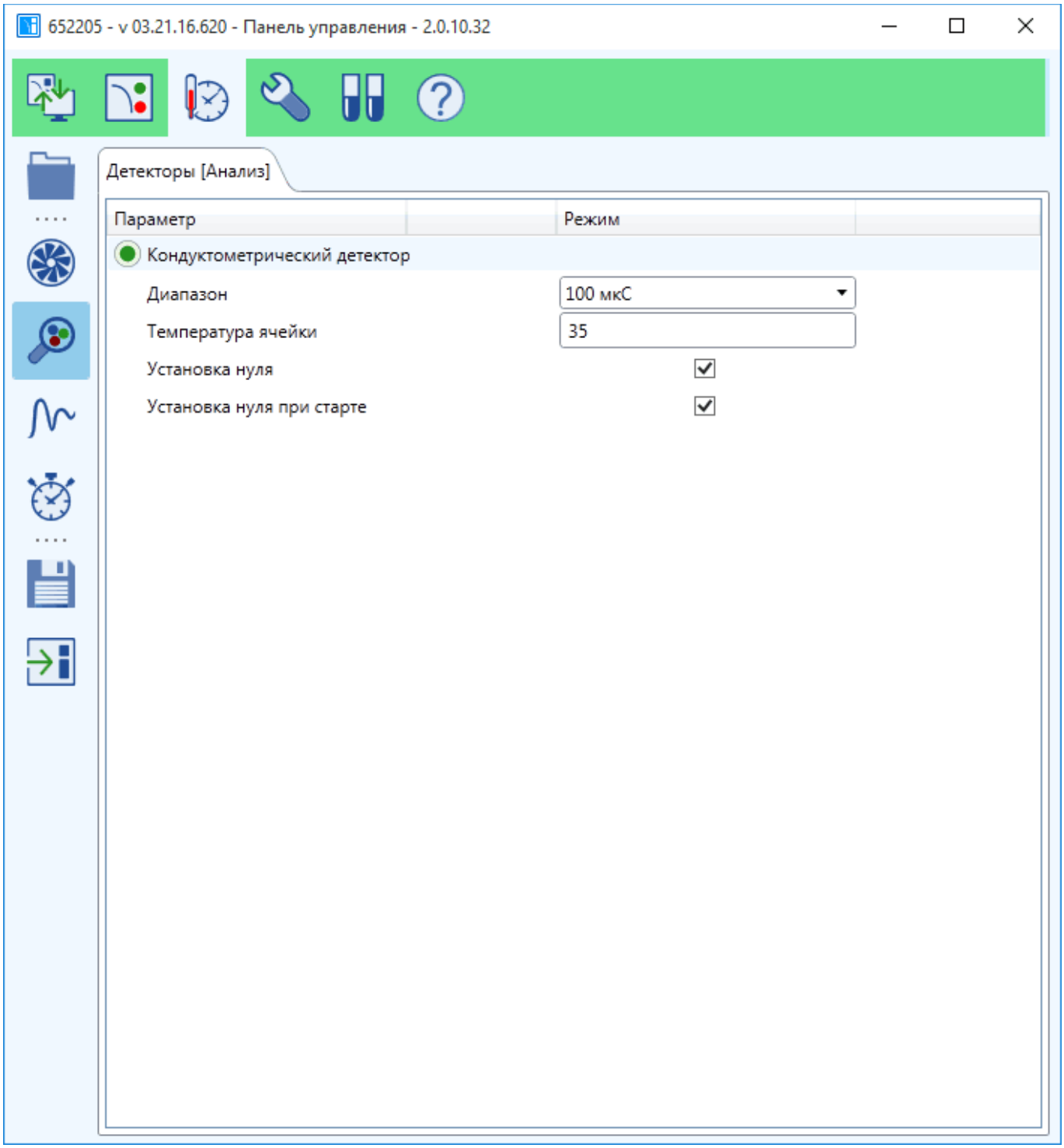


Рисунок 3.37 – Параметры кондуктометрического детектора

3.10 Выбор записываемых сигналов

Укажите, какие сигналы нужно записывать при проведении анализа.

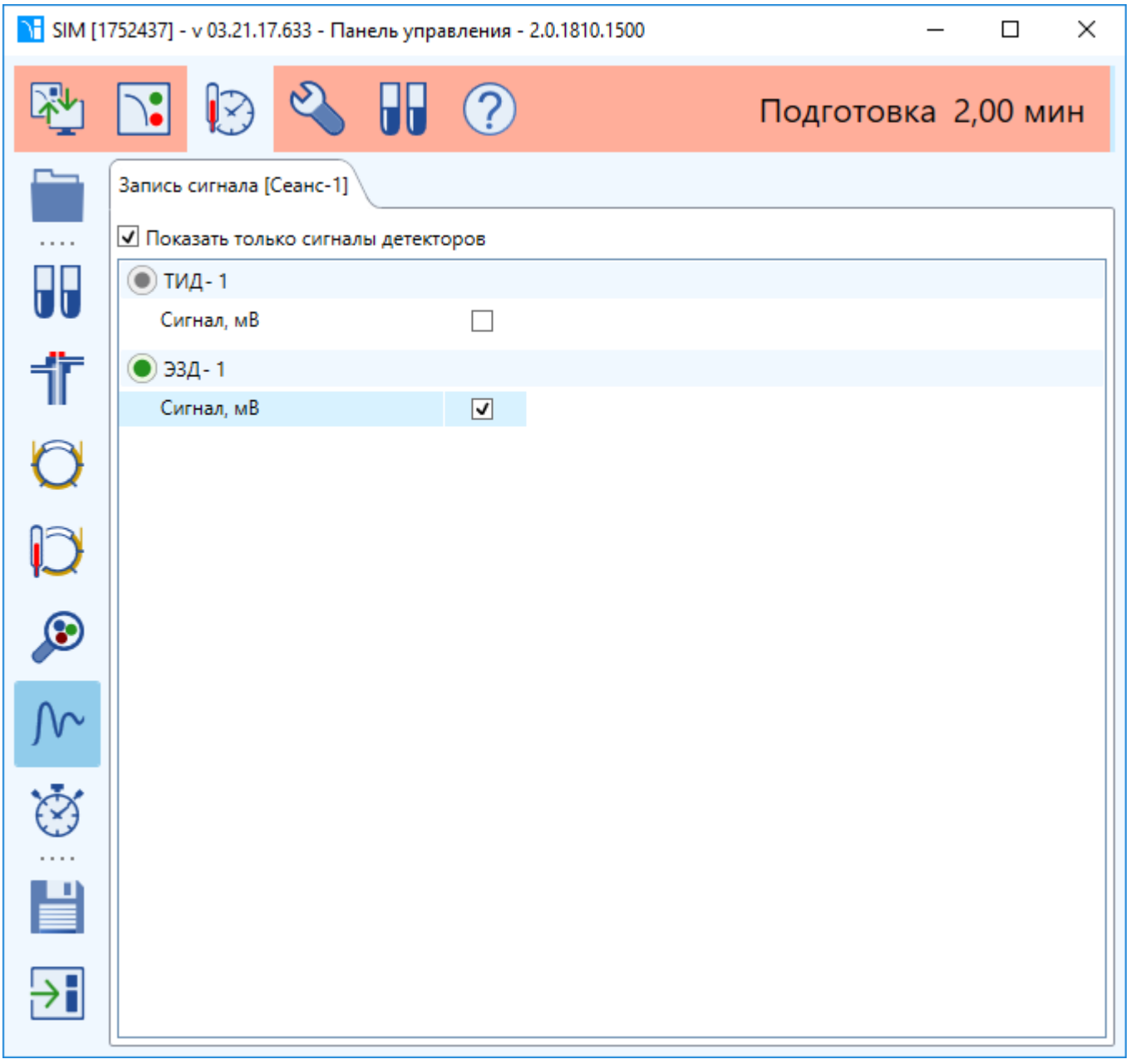


Рисунок 3.38 – Выбор записываемых сигналов

Если необходимо, выключите опцию – **Показать только сигналы детекторов** и выберите для записи интересующий сигнал.

3.11 События времени выполнения

Перейдите в раздел **События времени выполнения**, чтобы проконтролировать и при необходимости изменить программируемые параметры режима.

Задайте **время анализа** в соответствии с требованиями методики.

Время анализа в данном диалоге задается при работе с хроматографом газовым, оснащенным процессорным модулем ПМ2 или хроматографом жидкостным. Если в вашем хроматографе установлен процессорным модуль ПМ3, то время анализа будет вычислено автоматически при задании температурной программы термостата колонок. В данном диалоге время анализа можно задать только если вы используете изотермический режим работы термостат колонок.

При необходимости задайте длительность дополнительных периодов времени:

Время продувки. Время нахождения хроматографа на этапе "Продувка", который наступает сразу по окончании анализа. По умолчанию время продувки равно 0 (продувка не используется).

Время стабилизации. Отсчет этого времени начинается после того, как все параметры приходят в пределы допуска. Этап используется, как задержка выхода хроматографа на "Готовность" для того, чтобы нулевая линия успела стабилизироваться.

Время стабилизации полезно задавать, если после выхода хроматографа на этап "Готовность" остается недопустимый дрейф нулевой линии. Время стабилизации определяется экспериментальным путем.

Если навести курсор мыши на диаграмму программирования параметра, появляется подсказка, в которой указана длительность участка графика, над которым в данное время находится курсор.

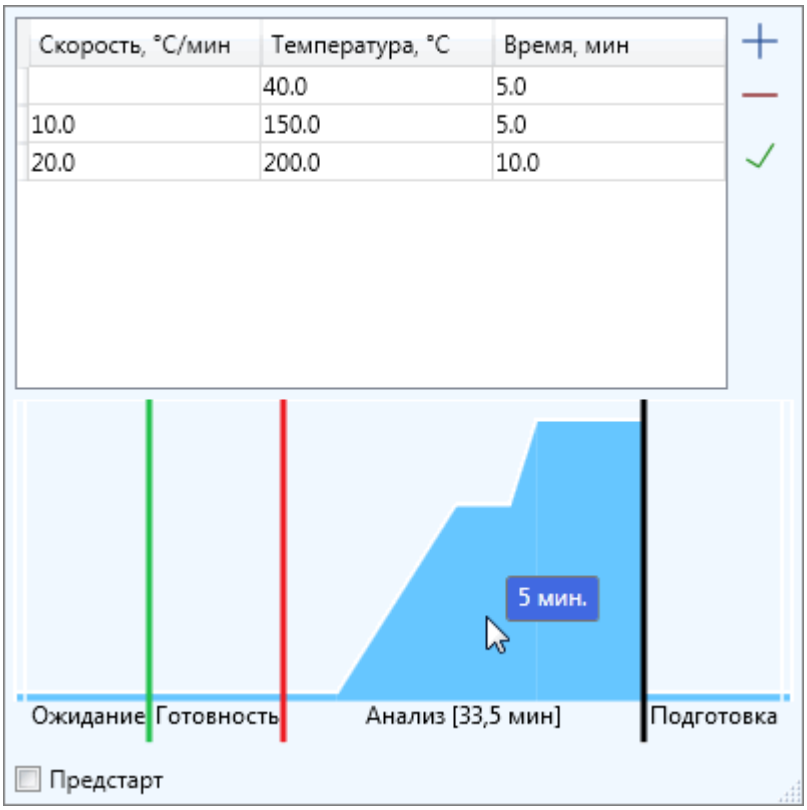


Рисунок 3.39 – Диаграмма программирования параметра

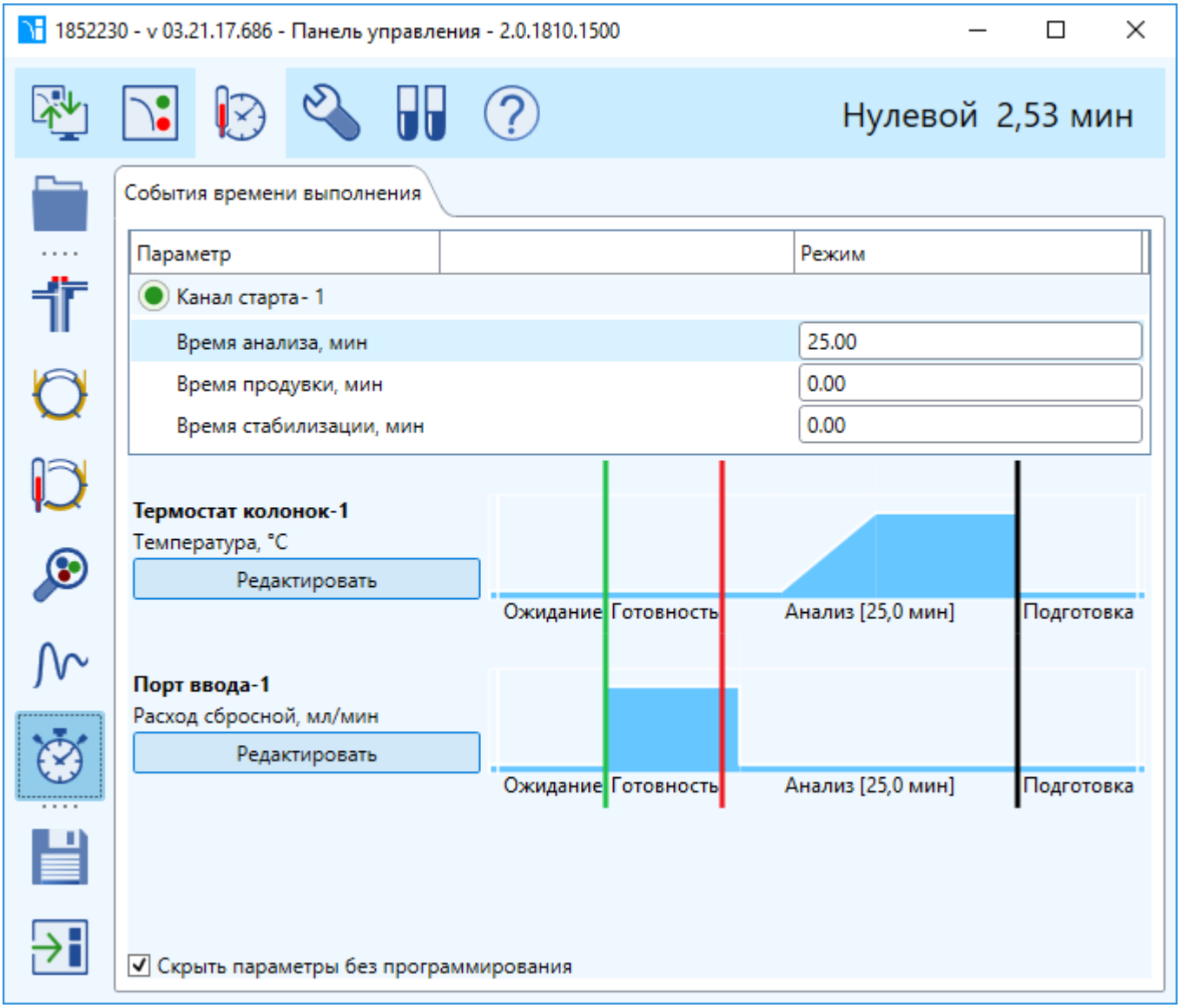


Рисунок 3.40 – События во время анализа

3.12 Сохранение режима



Когда параметры режима настроены, нажмите на кнопку – **Сохранить**.

1. Введите имя файла режима (инструментального метода).
2. Нажмите – **Сохранить**.
3. Вы можете **добавить режим в избранное** – в этом случае он будет доступен для всех проектов и соединений.
4. Вы так же можете сохранить режим в хроматографе, чтобы иметь возможность автоматически загрузить его еще до включения компьютера и запуска соединения.

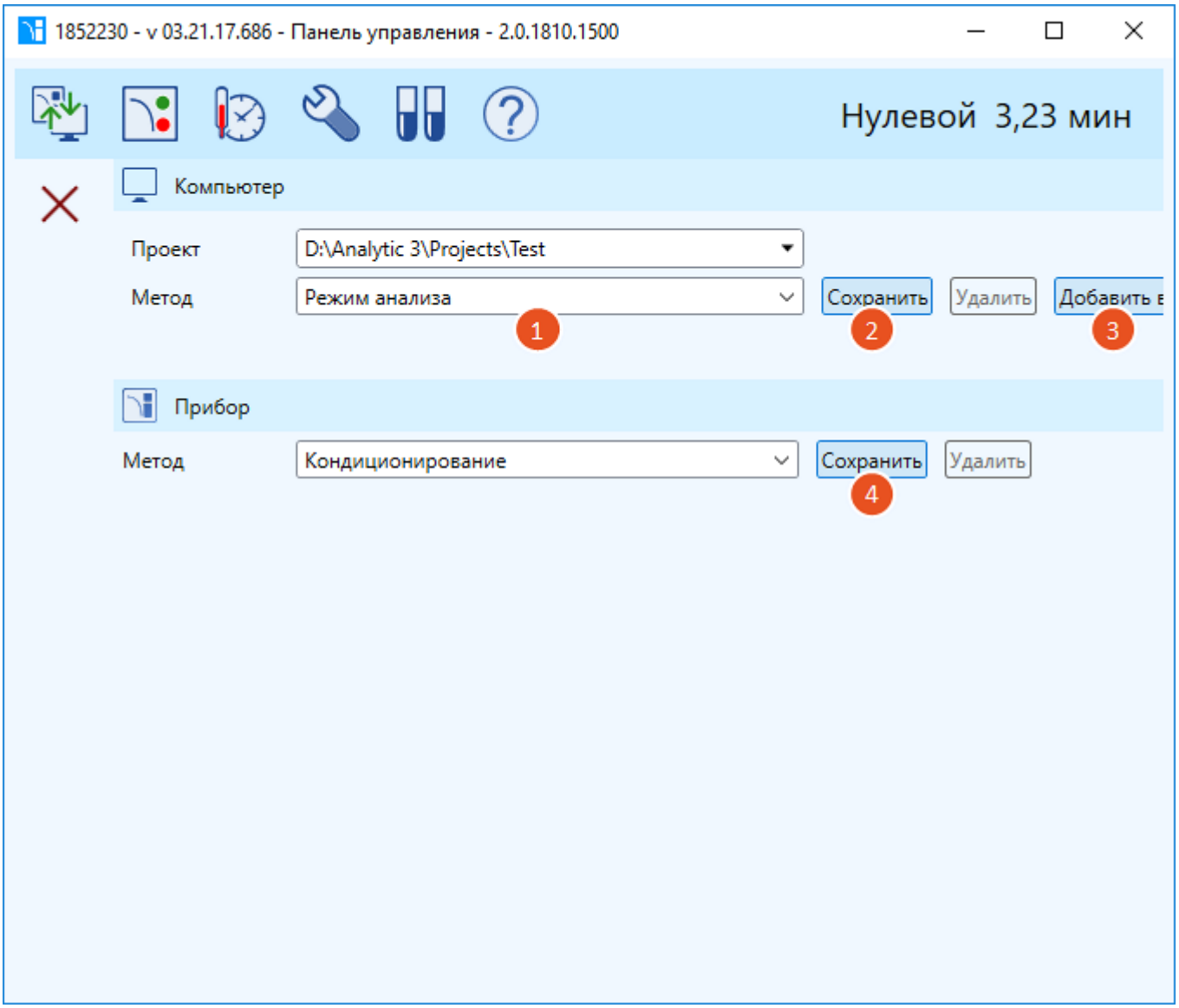


Рисунок 3.41 – Сохранения режима

3.13 Контроль состояния и проведение анализов

Для контроля состояния хроматографа перейдите на страницу **Состояние** главного окна.

В правой части панели инструментов выводится название и время текущего этапа.

Условные обозначения (см. рисунок ниже):

Все параметры данного устройства в пределах допуска.

Один или несколько параметров данного устройства вне границ допуска.

Данное устройство не активно (не задействовано в конфигурации или значение параметра Канал = **Нет**).

Параметр, у которого значение находится вне границ допуска выделен **красным**.

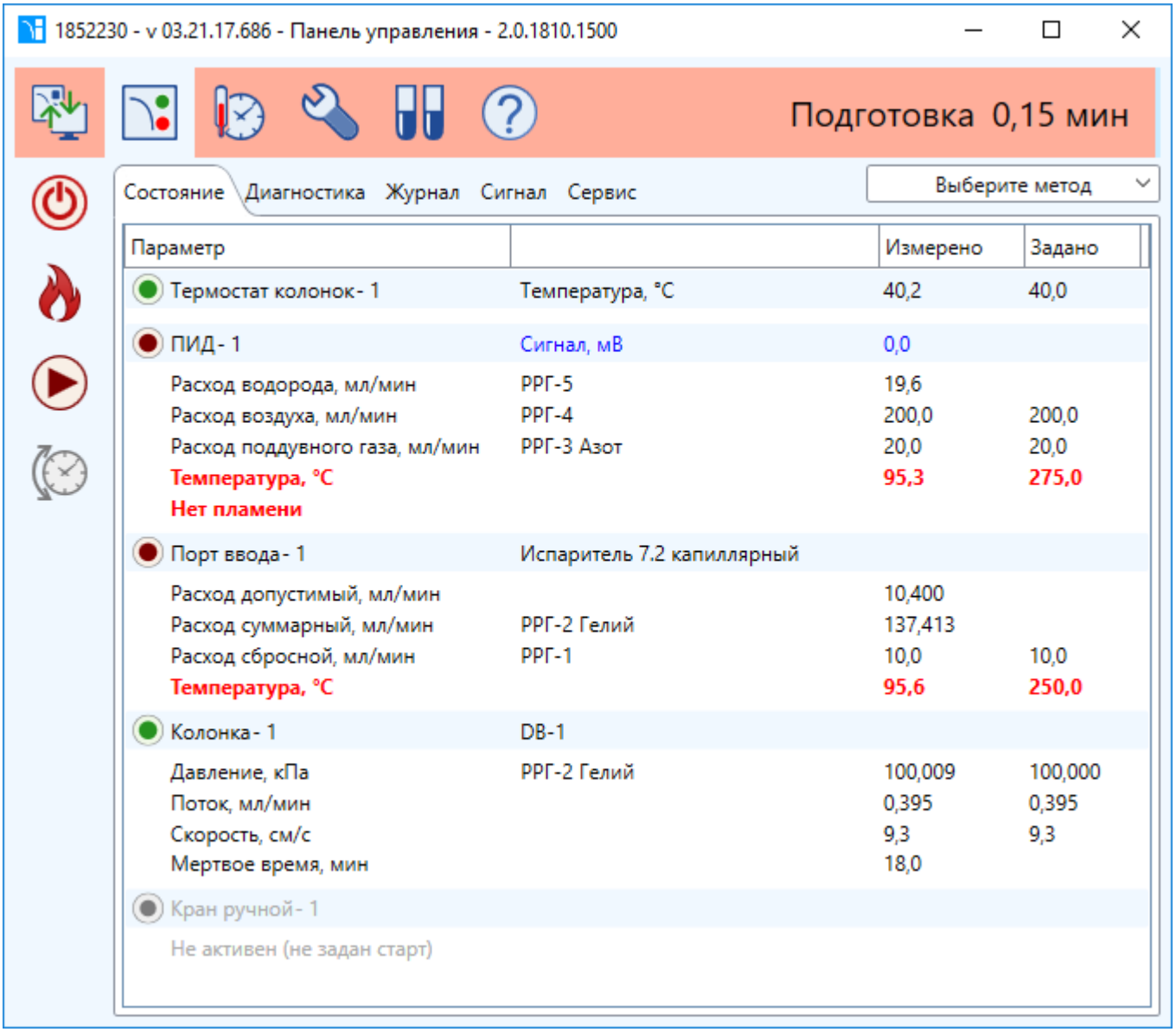


Рисунок 3.42 – Состояние газового хроматографа с процессорным модулем ПМ3

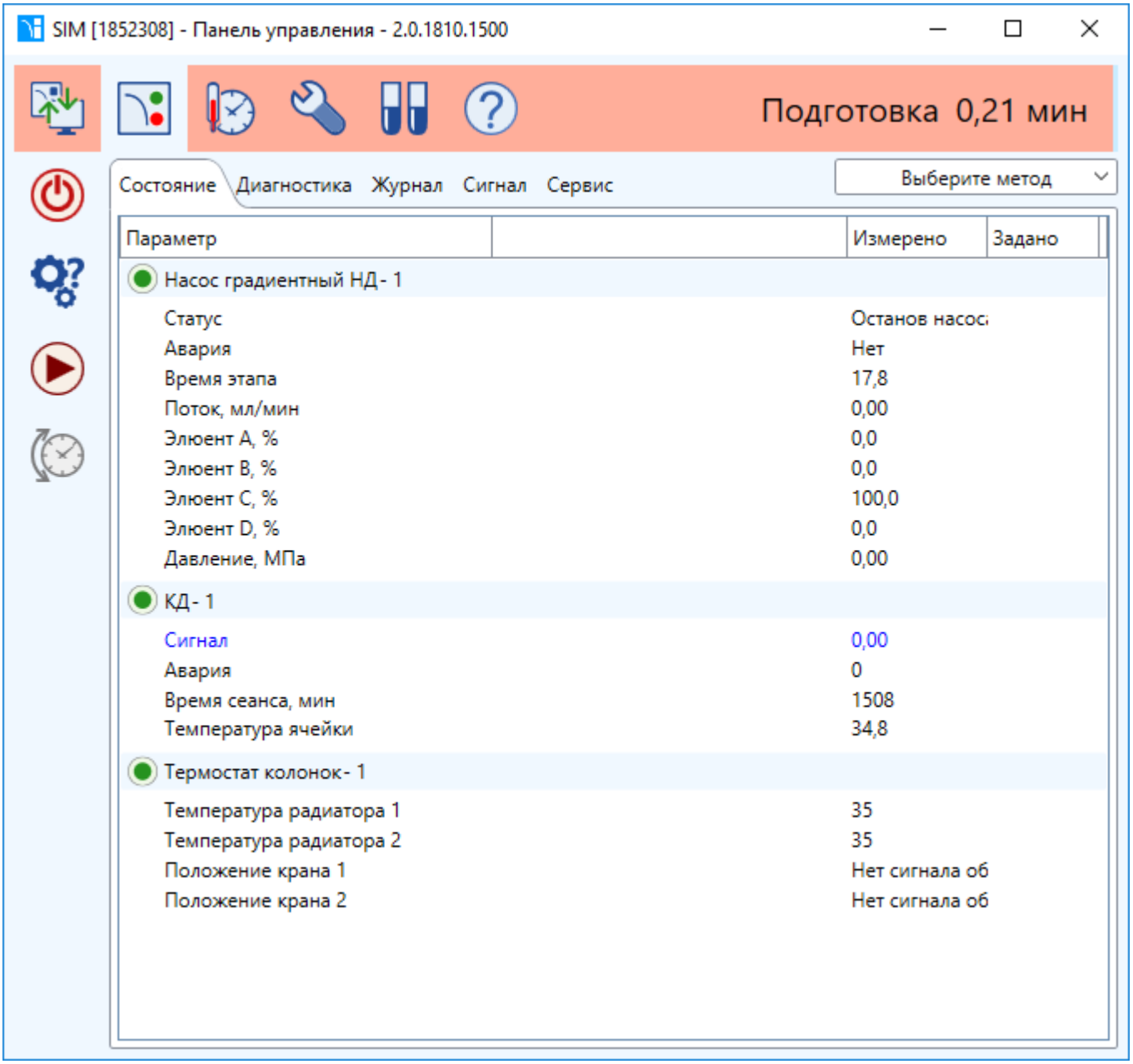


Рисунок 3.43 – Состояние жидкостного хроматографа

Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000" и масс-спектрометрический детектор могут быть оснащены цветным сенсорным дисплеем, отображающим следующие данные:

- Рабочий статус системы – текущий этап и его время.
- Результаты автономной самодиагностики – данные состояния и диагностики, которые выводятся в группах параметров устройств, входящих в состав хроматографа или МСД.

3.13.1 Просмотр сигнала детектора

"Панель управления" позволяет просматривать сигналы детекторов и некоторые диагностические параметры в виде динамических графиков. Просмотр сигналов возможен в любое время, на любом этапе работы хроматографа.

- Для оперативного контроля какого-либо сигнала перейдите на закладку **Сигнал**.
- Выберите устройство, для которого хотите просмотреть сигнал.
- Выберите интересующий параметр.

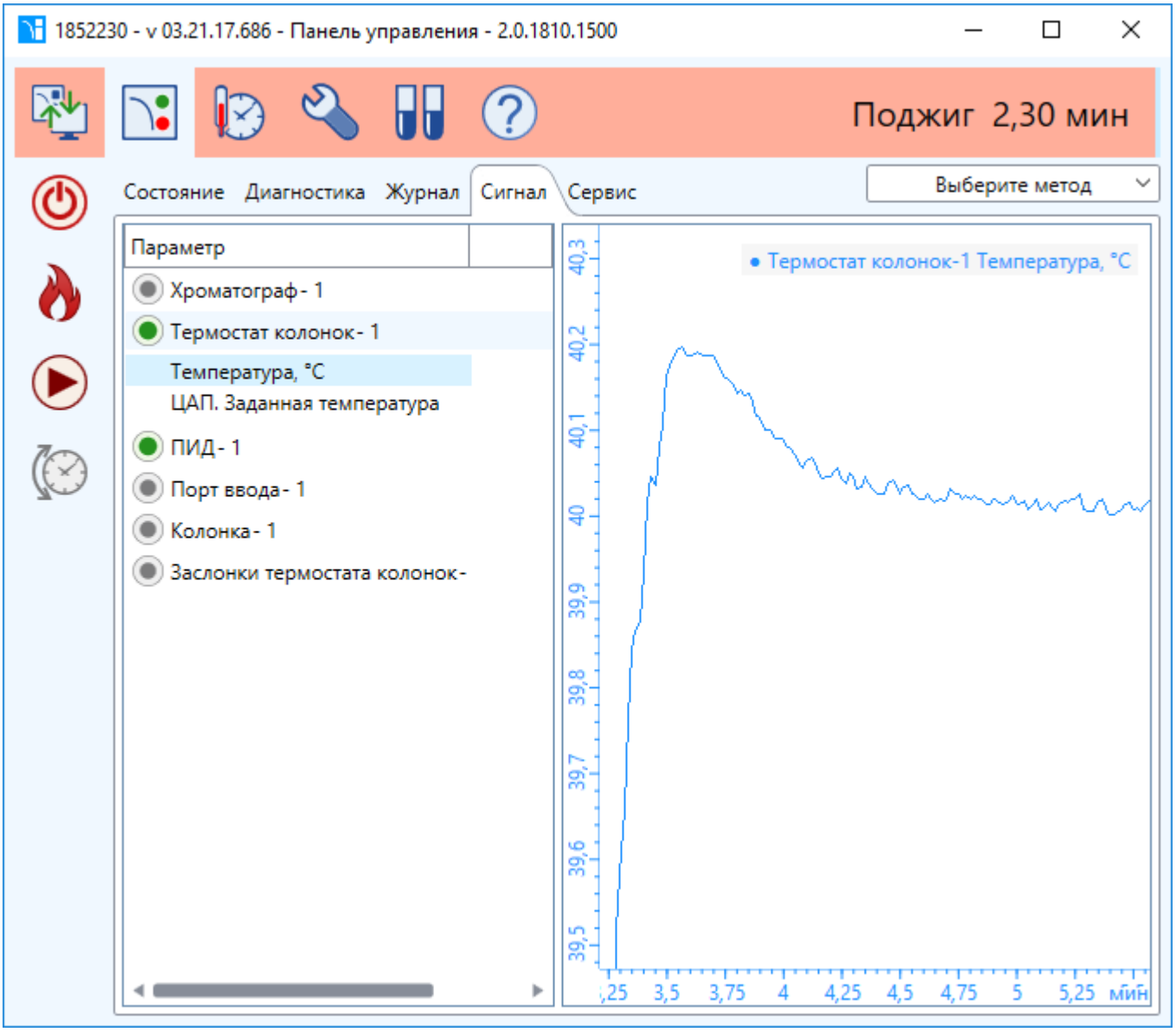


Рисунок 3.44 – Просмотр сигналов

Сигнал отображается с частотой 1 Гц (т.е., если для детектора задана частота съема данных – 25 Гц, то на данном графике он будет показан упрощенно, с искажениями). Частота понижается для уменьшения потребления оперативной памяти.

Сигнал можно масштабировать так же, как хроматограмму в программе обработки "Хроматэк Аналитик".

3.13.2 Диагностика хроматографа

Для просмотра расширенного состояния хроматографа в "Панели управления" перейдите на закладку **Диагностика**. Здесь отображаются дополнительные параметры, постоянных контроль которых в обычной работе не требуется.


Для запуска внутренней самодиагностики ВЭЖХ нажмите соответствующую кнопку на боковой панели. Результат будет выведен на закладке **Диагностика**.

Самодиагностика ГХ выполняется постоянно автоматически. её результаты выводятся (в зависимости от важности сообщения):

- На закладке **Состояние** – самые важные сообщения.
- На закладке **Журнал** – сообщения меньшей важности, которые пользователь может проигнорировать без ущерба для оборудования.
- В лог программы (расширенный журнал) – сообщения для анализа разработчиком.

Для контроля электропитания хроматографа используются следующие параметры:

Напряжение питания, В. Контроль напряжения питания в электросети 220В доступен при поставке в составе прибора дополнительного измерителя напряжения.

Суммарная мощность низковольтных нагревателей, Вт. Значение параметра не должно превышать мощность трансформатора.

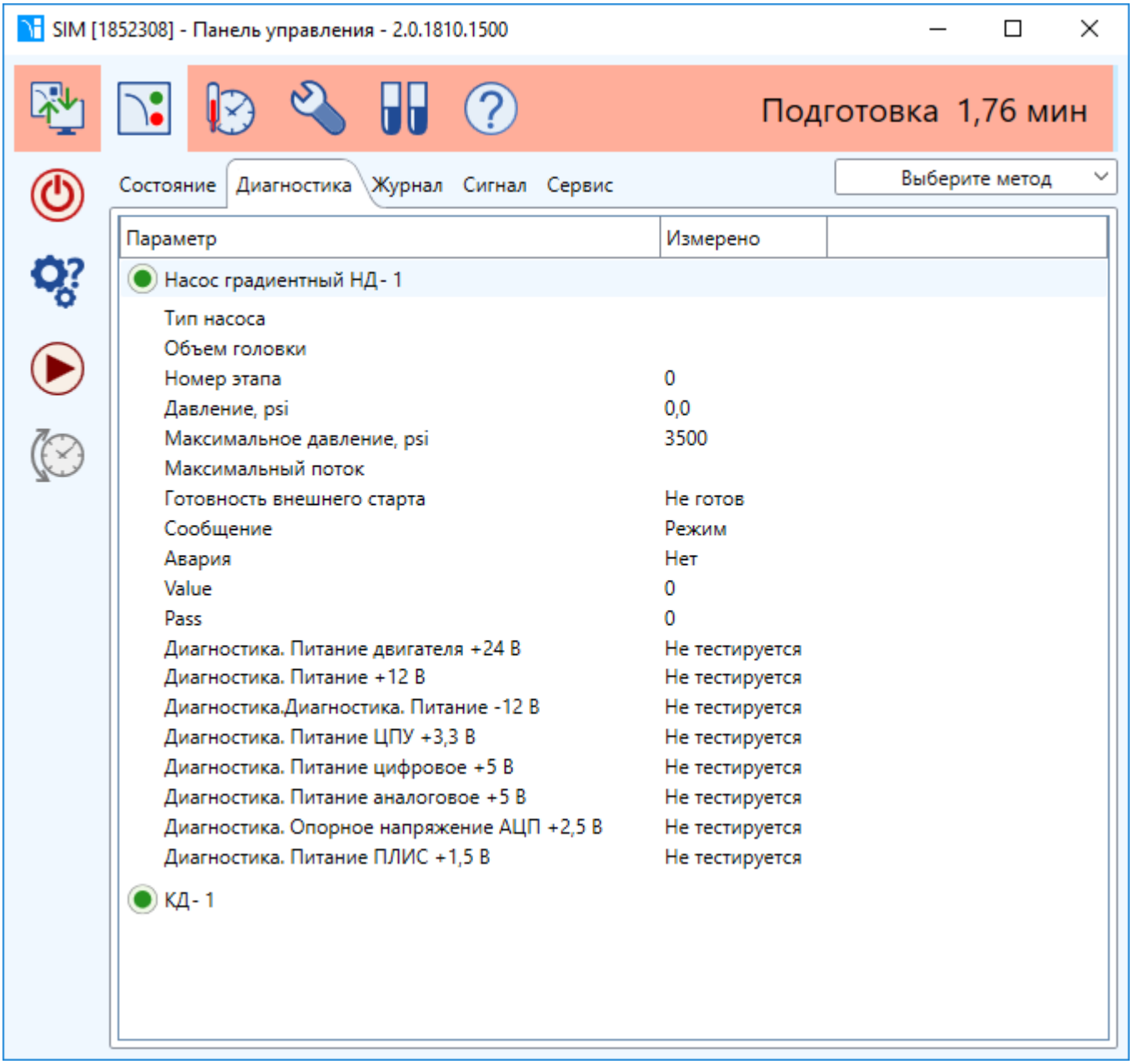


Рисунок 3.45 – Результат диагностических тестов ВЭЖХ

В случае возникновения каких-либо проблем с хроматографом мы можете предоставить производителю оборудования расширенные диагностические данные, которые помогут обнаружить и устранить проблему.

Если такая потребность возникла, откройте папку:

c:\ProgramData\Chromatec\Logs\Chromatec.Panel.UI\DiagnosticLog

- В этой папке откройте подпапку, название которой соответствует названию соединения.
- Далее из подпапки **Binary** выберите все файлы за последние сутки (дата указана в названии файлов) и пришлите их разработчику на email soft@chromatec.ru.

С помощью этих файлов разработчик сможет восстановить историю изменения всех параметров хроматографа на интересующем интервале времени. По умолчанию диагностический файлы хранятся **три дня**.

3.13.3 Конвертер диагностического лога

Когда соединение с хроматографом установлено, программа "Панель управления" записывает лог – поступающие от хроматографа данные по всем диагностическим каналам.

Этот лог можно конвертировать в многоканальную хроматограмму. В результате вы сможете увидеть, как изменялись сигналы (температуры, расходы и давления газов, сигналы детекторов) на всех этапах с момента соединения. Чтобы получить такую хроматограмму, перейдите в "Хроматэк Навигатор". Далее:

- Нажмите на кнопку Детальная диагностика.
- В меню выберите соединение.
- Выберите файл диагностического лога.

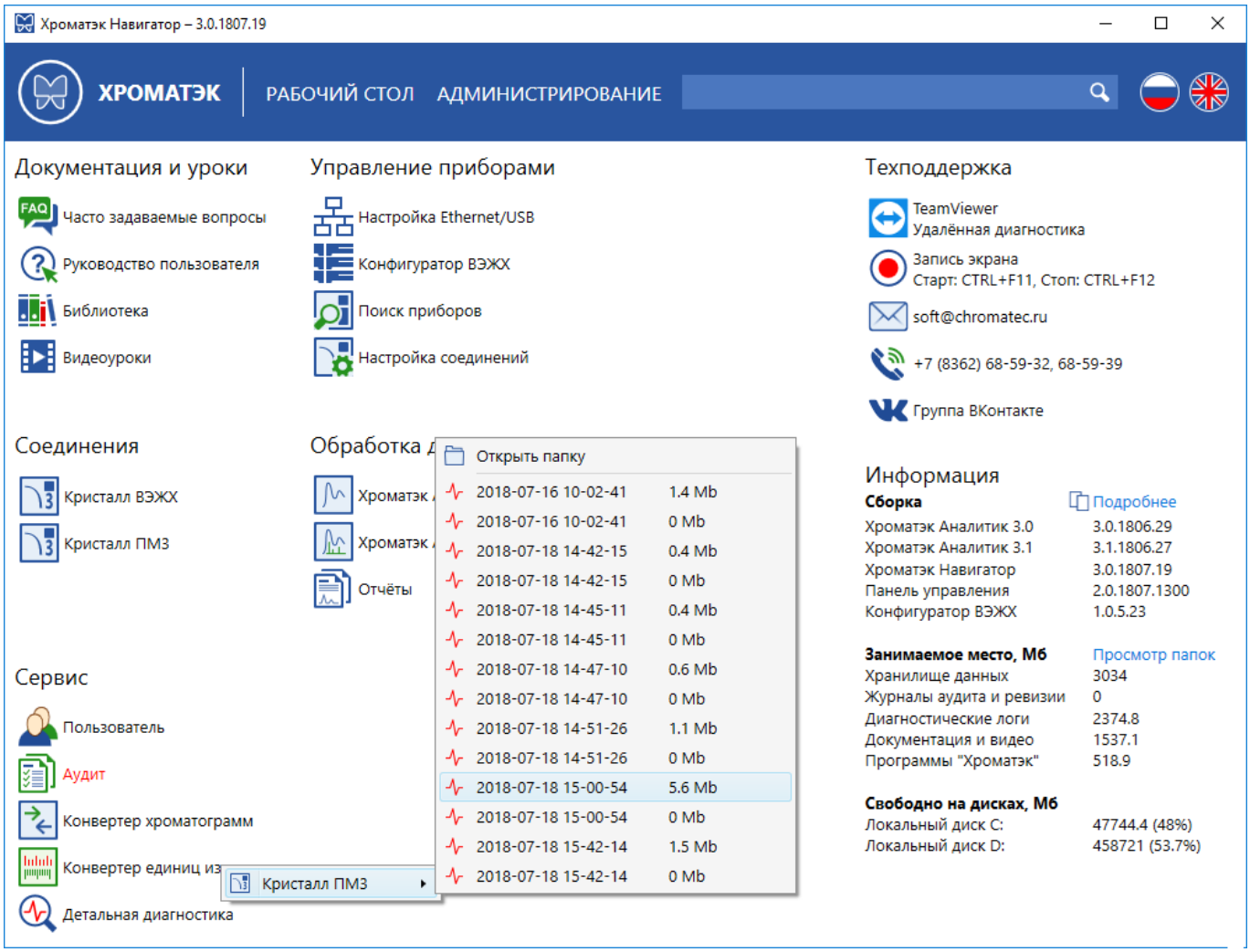


Рисунок 3.46 – Выбор диагностического лога для конвертации в хроматограмму

Процесс создания многоканальной хроматограммы по данным из лога может занять несколько минут. Когда хроматограмма будет создана, она автоматически откроется в "Хроматэк Аналитик".

Вид иконок указывает на тип лога:

Лог хроматографа.

Лог масс-спектрометрического детектора.

3.13.4 Проведение анализов

Как только хроматограф перейдет на этап "Готовность", вы можете приступать к проведению анализов.



Для старта анализа введите пробу и нажмите кнопку Старт на хроматографе. Так же вы можете запустить анализ с помощью соответствующей кнопки на боковой панели.



Чтобы досрочно остановить анализ, нажмите кнопку Стоп на боковой панели.

3.13.5 Изменение времени анализа в процессе его выполнения



Возможна ситуация, когда в ходе анализа становится очевидным, что его время было задано недостаточно большим и хотелось бы оперативно увеличить его. Для этого используется команда **Изменить время анализа**, расположенная на боковой панели инструментов закладки **Состояние**. Нажмите её и укажите новое время анализа.

3.13.6 Контроль питания

В установочный пакет "Хроматэк Аналитик" входит вспомогательный сервис "PowerMonitor". Он предназначен для работы с источниками бесперебойного питания.

Когда сервис установлен – при переключении источника бесперебойного питания на работу от аккумулятора хроматографу и масс-спектрометрическому детектору посылается команда на завершение работы.

Если вы работаете с ноутбуком, данный сервис использовать нежелательно, поскольку в этом случае при отключении ноутбука от сети питания (и переключению на аккумулятор), сервис пошлёт оборудованию команду на завершение работы.

На закладке **Состояние** программы "Панель управления" отображается иконка статуса ИБП:



Аккумулятор ИБП не заряжается.



Аккумулятор ИБП заряжается.

3.14 Автоматизация анализов

Для автоматизации анализов используется компонент "Панели управления" – **Планировщик**.

Начиная с версии **2.0.1905.1500** "Панель управления" содержит две реализации Планировщика – старый и новый вариант. В данном руководстве рассматривается только новый вариант. Если вам необходимо продолжать работу со старым и требуется инструкция, напишите запрос на адрес soft@chrmatec.ru.

Если ранее вы не использовали Планировщик, то при обновлении "Панели управления" будет активирован новый вариант. В противном случае останется старый. Новый планировщик вы можете подключить (или отключить) в экспертных настройках.



Для настройки плана выполнения анализов перейдите на страницу **Планировщик**.

На данной странице вы можете настроить выполнение **одиночного анализа** или **последовательности анализов**.

3.14.1 Интерфейс "Планировщика"

На странице **Планировщика** располагаются закладки:

Анализы. Здесь задается список выполняемых дозатором анализов – план работы.

Журнал. Здесь выводятся сообщения о статусах дозаторов и выполняемых анализов.

Режим: <Название дозатора>. Здесь задается режима дозатора.

Конфигурация: <Название дозатора>. Здесь задается конфигурация дозатора.

Закладки "Режим" и "Конфигурация" содержат разные настройки в зависимости от используемой модели дозатора.

Кнопки на боковой панели:



Старт. Нажатие на эту кнопку запускает план на выполнение.



Пауза. Нажатие на эту кнопку приостанавливает выполнение плана. При это текущий выполняющийся анализ будет доведен до конца, а следующий не начнется, пока снова не будет нажата кнопка **Старт**.



Стоп. План прекращает работу, при этом останавливается и текущий анализ.



Зациклить план. После выполнения, план будет повторяться до тех пор, пока оператор не нажмет **Стоп**. Выключение данного режима приведет к тому, что план будет доработан до конца, после чего остановится.



Добавить анализ. Данная кнопка добавляет новую строку в список анализов. Новая строка является копией предыдущей.

Удалить анализ. Данная кнопка удаляет выделенную строку в таблице.



Дополнительные команды и настройки. Открывает вспомогательное меню.

3.14.2 Серии анализов

Серия анализов – группа из нескольких анализов, выполняемая программой в определенное время.

По умолчанию в плане присутствует серия анализов, выполняемая по готовности хроматографа (если при этом план запущен на выполнение кнопкой **Старт**).

Оператор может добавить неограниченное число серий анализов. Обычно это делается для того, чтобы некоторые анализы **Планировщик** выполнил в определенное время.

1. Нажмите кнопку **Настройки**.
2. Выберите пункт меню **Добавить серию анализов**.
3. Выберите тип серии – **по готовности** или **по времени**.
4. Для серии "по времени" укажите в какие дни её выполнять и задайте время начала выполнения.
5. У серии можно выключить активность, если она сейчас не нужна.
6. Серии, которые не выполняются, удобно свернуть, чтобы не занимали место на экране.
7. Чтобы удалить серию анализов нажмите крестик.

В каждой серии может быть неограниченное число анализов.

При старте плана "Панель управления" проверяет, подошло ли время выполнения какой-либо серии.

- Если подошло, то начинается выполнение анализов данной серии. Пока все они не будут выполнены, "Панель управления" к следующей серии не переходит.
- Если время выполнения очередной серии еще не подошло или серий с фиксированным временем нет в плане, то выполняется первая в списке серия с признаком "по готовности".

Например, создано три серии:

- По готовности.
- По понедельникам в 08:00.
- Каждый день в 8:00.

Здесь при старте плана "Панель управления" проверяет, какой сейчас день недели. Если понедельник, то проверяется текущее время. Если оно не достигло 08:00, "Панель управления" проверяет условия для третьей серии. Поскольку и они не выполнены, то он переходит к первой серии, "по готовности" и выполняет ее.

Когда одновременно выполнены условия для двух серий (в примере выше – в понедельник, в 10:00, выполнены условия для серий 2 и 3) то выполняются они по порядку сверху-вниз.

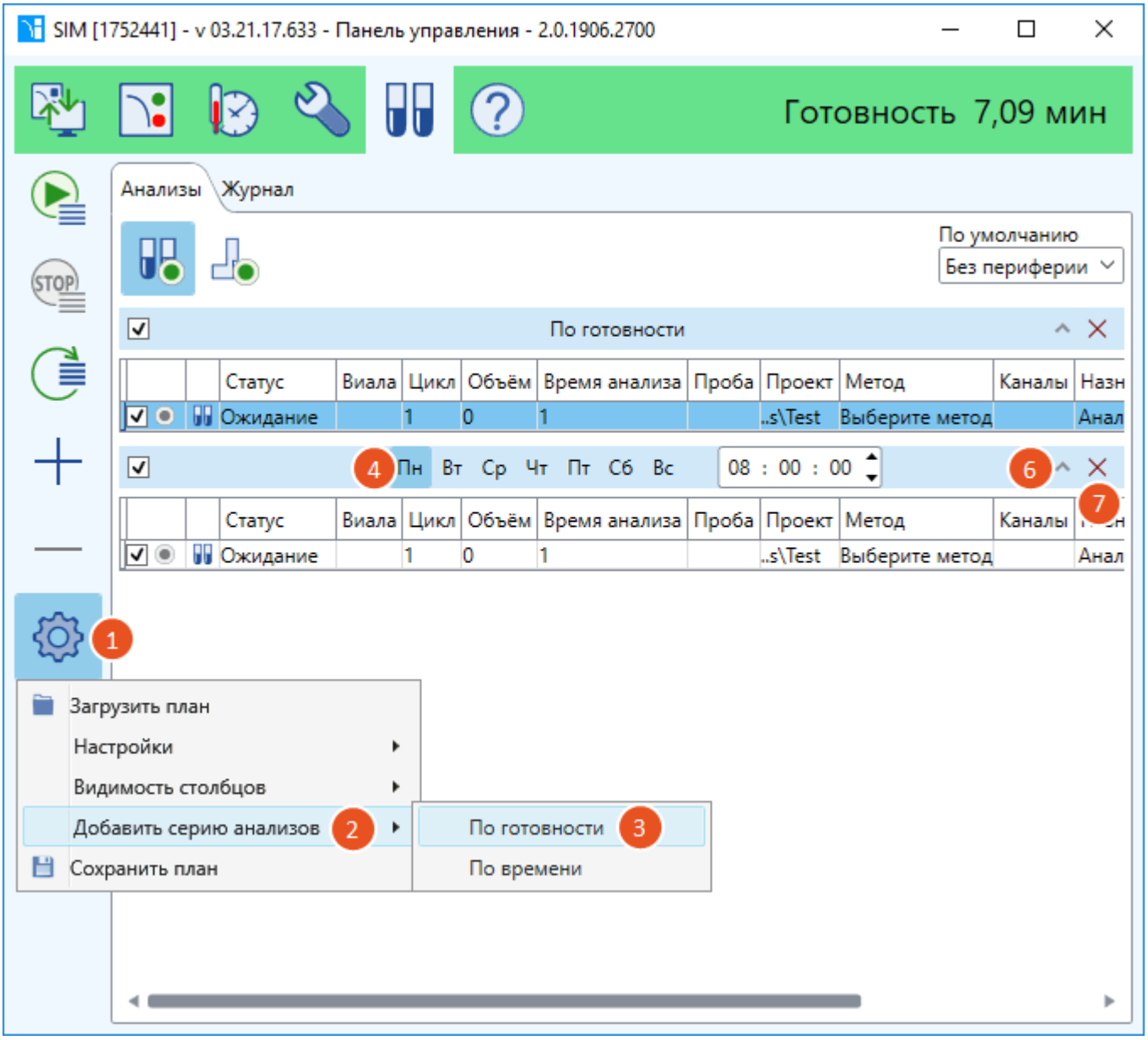


Рисунок 3.47 – Серии анализов

3.14.3 Создание плана анализов

1. Перейдите на закладку **Анализы**.
2. Выберите устройство, с которым будете работать.

В последовательности могут одновременно присутствовать анализы с разными устройствами – с ДАЖ, ТДА или без периферии.

Например, если вам время от времени требуется проводить холостой анализ, то следует добавить анализ без периферии.

3. Нажмите на кнопку **Добавить**. В таблице появится новая строка.
4. Тип устройства, с которым будет выполняться анализ, отображается в виде иконки. Если вы ошиблись, вы можете изменить выбор, кликнув по данной иконке.

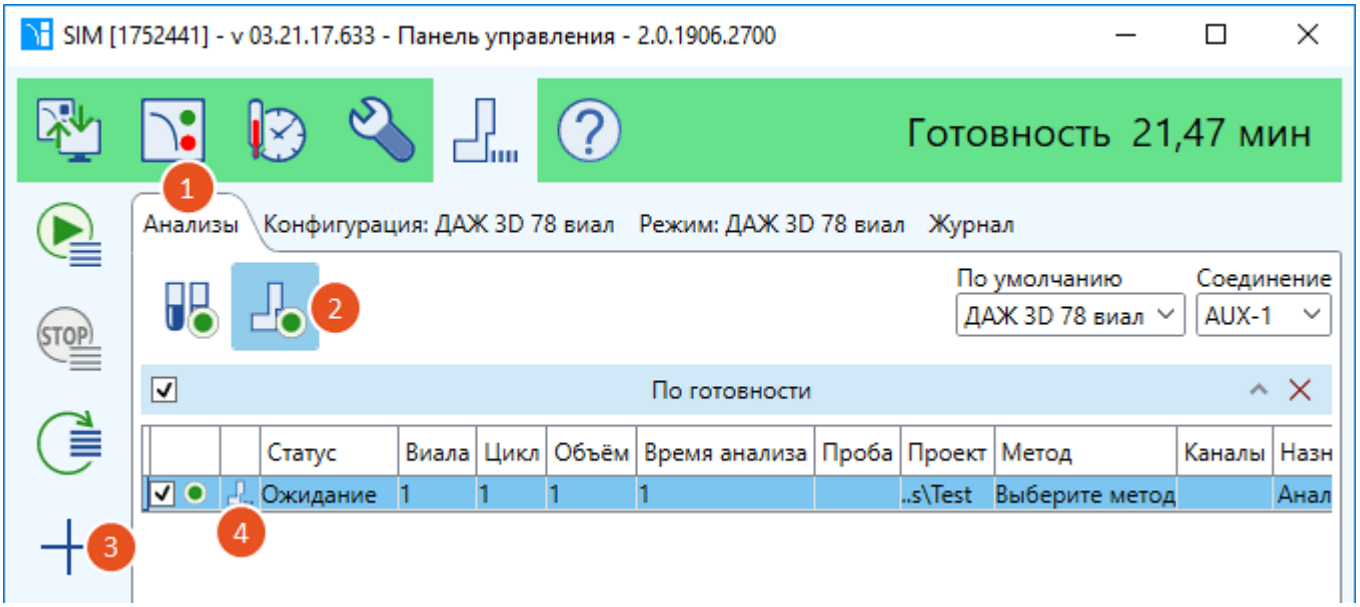


Рисунок 3.48 – Добавление анализа

Когда подходит очередь выполнения каждого из анализов в хроматограф загружается режим анализа (инструментальный метод), указанный в столбце **Метод**.

Если режим совпадает с режимом предыдущего анализа, то загрузка не выполняется.

При старте анализа из файла метода в новую хроматограмму загружаются параметры обработки и таблица компонентов, а паспорт заполняется в соответствии с данными текущей строки плана.

Так же в таблице могут вводиться данные, специфические для используемого автодозатора. Они рассматриваются в следующих разделах руководства.

Вы можете одновременно редактировать сразу несколько строк в таблице, чтобы задать в каких-либо ячейках одинаковые записи. Для этого строки нужно выделить мышью, удерживая нажатой клавишу **SHIFT**, задать значение интересующей ячейки и нажать клавишу **ENTER**.

В зависимости от доступного оборудования и текущих задач пользователь может организовать работу следующими способами:

5. **Одиночный анализ с ручным вводом пробы.**

- Добавьте в таблицу анализов одну строку.
- В ячейке **Плагин** выберите **Без периферии**.
- В ячейке **Режим** выберите **Ожидание старта**.
- Заполните ячейки – **Назначение**, **Проба**, **Объём**, **Оператор**. Эти данные будут сохранены в паспорте хроматограммы.
- Выберите заранее созданный **Инструментальный метод** в соответствующей ячейке. Из него хроматографу будет передан режим (инструментальная часть метода).
- Если вы уже создали метод обработки, выберите его в ячейке **Метод**. Новая хроматограмма будет автоматически обработана по этому методу.

6. **Последовательность анализов с ручным вводом пробы.**

- Добавьте в таблицу анализов необходимое число строк (соответствующее количеству запланированных анализов).
- Настройки каждой строки выполняются аналогично описанным в п.1.

7. **Последовательность анализов с применением автоматического крана-дозатора, входящего в состав хроматографа.**

- Добавьте в таблицу **одну** строку. Строк может быть и больше, если вы используете систему переключения потоков проб. В этом случае каждому анализу соответствует своя строка последовательности и свой режим хроматографа.
- В ячейке **Режим** выберите **Автостарт анализа**.
- В ячейке **Плагин** выберите **Без периферии**.
- Заполните ячейки – **Назначение**, **Проба**, **Объём**, **Оператор**. Эти данные будут сохранены в паспорте хроматограммы.
- Выберите заранее созданный **Инструментальный метод** в соответствующей ячейке. Из него хроматографу будет передан режим (инструментальная часть метода).
- Если вы уже создали метод обработки, выберите его в ячейке **Метод**. Новая хроматограмма будет автоматически обработана по этому методу.

8. **Одиночный анализ с применением автоматического дозатора "Хроматэк" (ДАЖ-2М любого исполнения или автоматический термодесорбер).**

- Добавьте в таблицу **одну** строку.
- В ячейке **Плагин** выберите нужный тип дозатора.
- В ячейке **Режим** выберите режим дозатора (инструментальный метод дозатора). Если его нет, предварительно создайте его на соответствующей закладке "Планировщика".
- Заполните ячейки – **Назначение**, **Проба**, **Объём**, **Оператор**. Эти данные будут сохранены в паспорте хроматограммы.
- Выберите заранее созданный **Инструментальный метод** в соответствующей ячейке. Из него хроматографу будет передан режим (инструментальная часть метода).

Если вы уже создали метод обработки, выберите его в ячейке **Метод**. Новая хроматограмма будет автоматически обработана по этому методу.

9. **Последовательность анализов с применением автоматического дозатора "Хроматэк" (ДАЖ-2М любого исполнения или автоматический термодесорбер).**

- Добавьте в таблицу необходимое число строк.
- Настройки параметров строк выполняются аналогично описанным в п.4.

Как видно, между настройкой одиночного анализа или последовательности из нескольких анализов нет принципиального различия.

3.14.4 Выбор проекта, метода и сигналов детекторов

Для каждого анализа следует указать, в какой проект будет сохранена хроматограмма, какой метод будет использован для записи хроматограммы и какие сигналы детекторов будут на ней присутствовать.

При использовании "Планировщика" выбранный проект и сигналы детекторов (указанные на странице Режим) игнорируются и настраиваются индивидуально для каждого анализа, как показано ниже.

- В столбце **Проект** нажмите на кнопку **[...]**.
- Выберите проект из списка. Нажмите **Открыть**.
- В столбце **Метод** нажмите на кнопку **[...]**.
- Выберите метод из списка. Избранные методы (доступные для всех проектов) отмечены символом: ☆
- В столбце **Каналы** нажмите на кнопку **[...]**.
- Включите галочку у сигналов, которые нужно записывать.

Когда "Панель управления" соединяется с хроматографом, автоматически запускается "Хроматэк Аналитик" и в нем выбирается проект, указанный в настройках соединения. Если в плане для какого-либо анализа задан другой проект, то при выполнении этого анализа будет открыто новое окно "Хроматэк Аналитик".

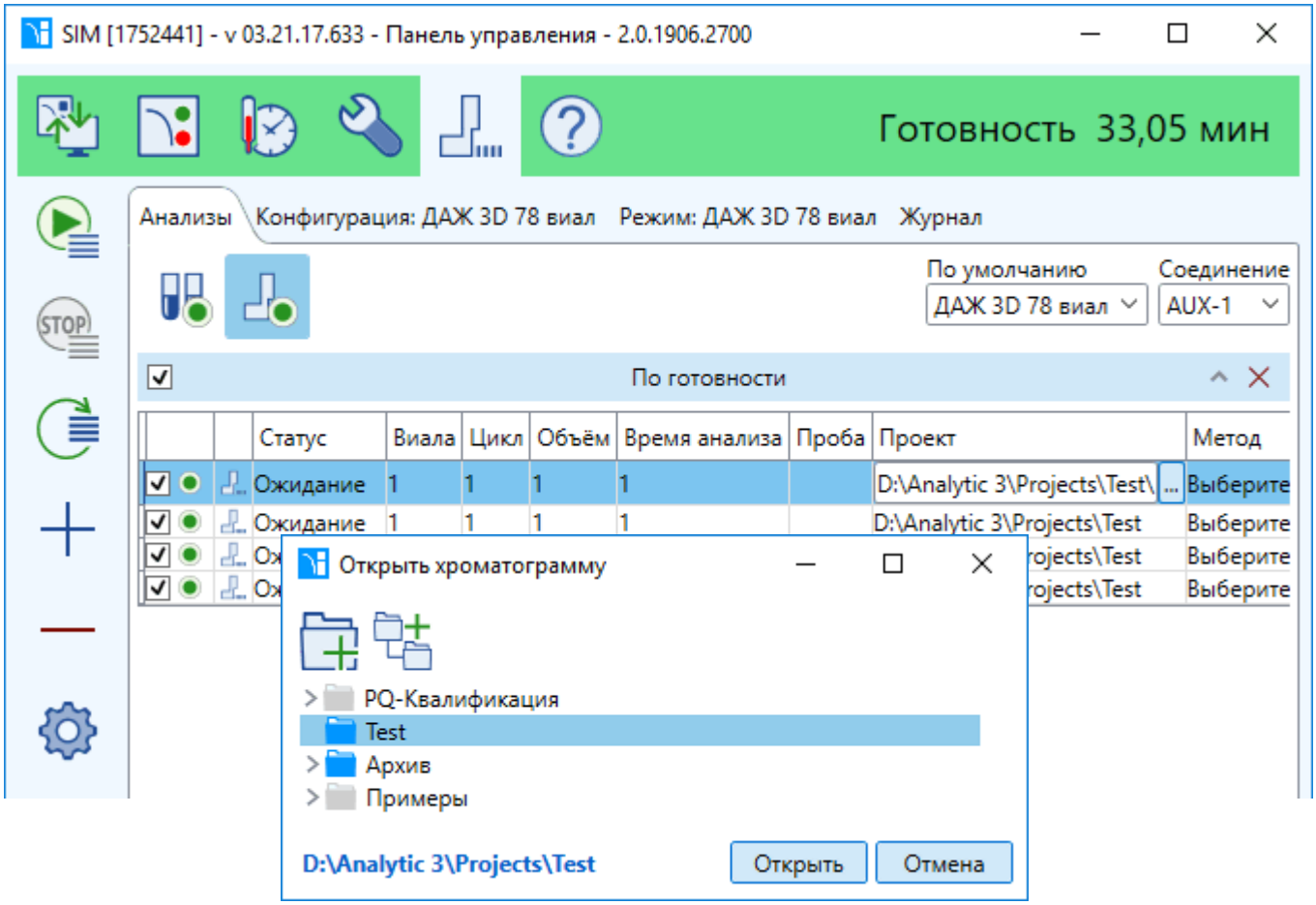


Рисунок 3.49 – Выбор проекта

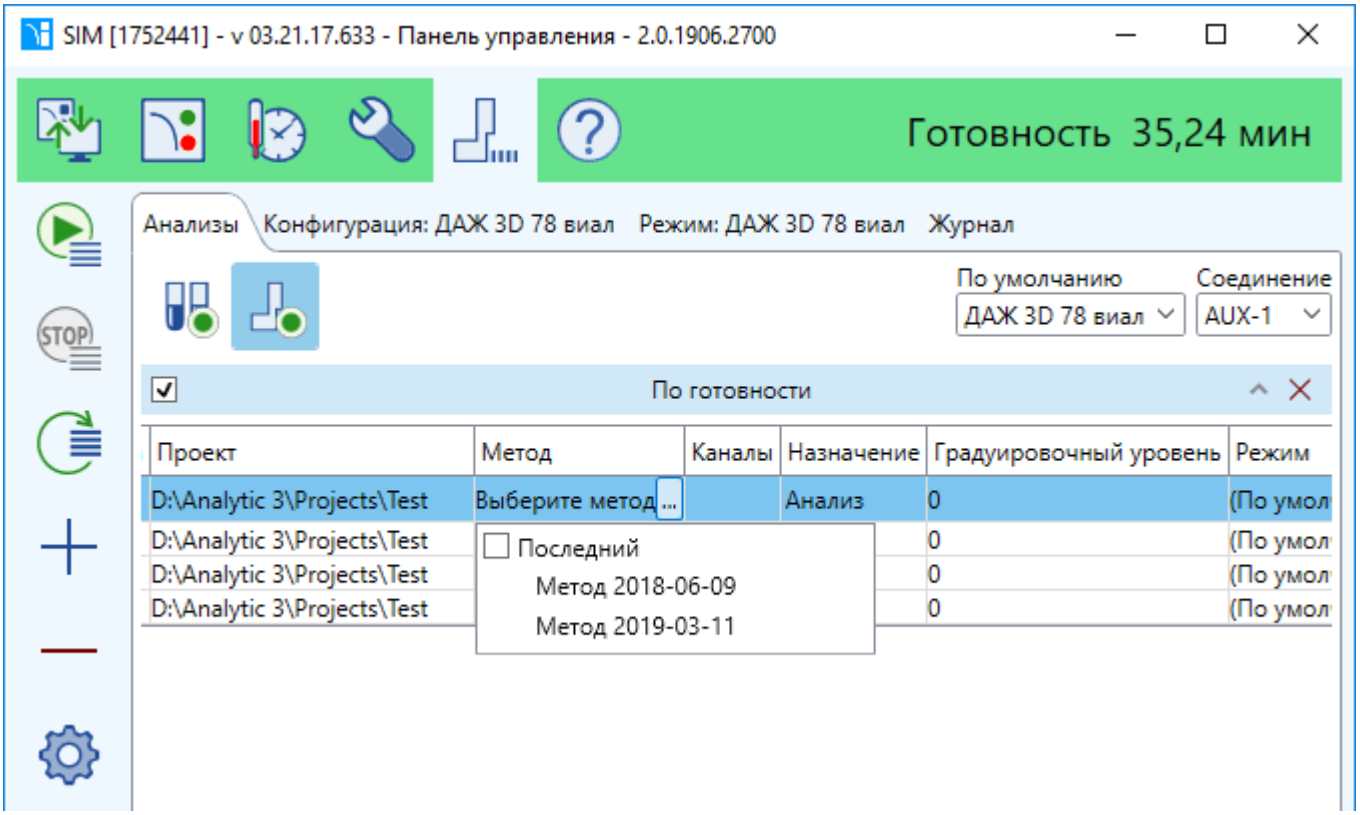


Рисунок 3.50 – Выбор метода

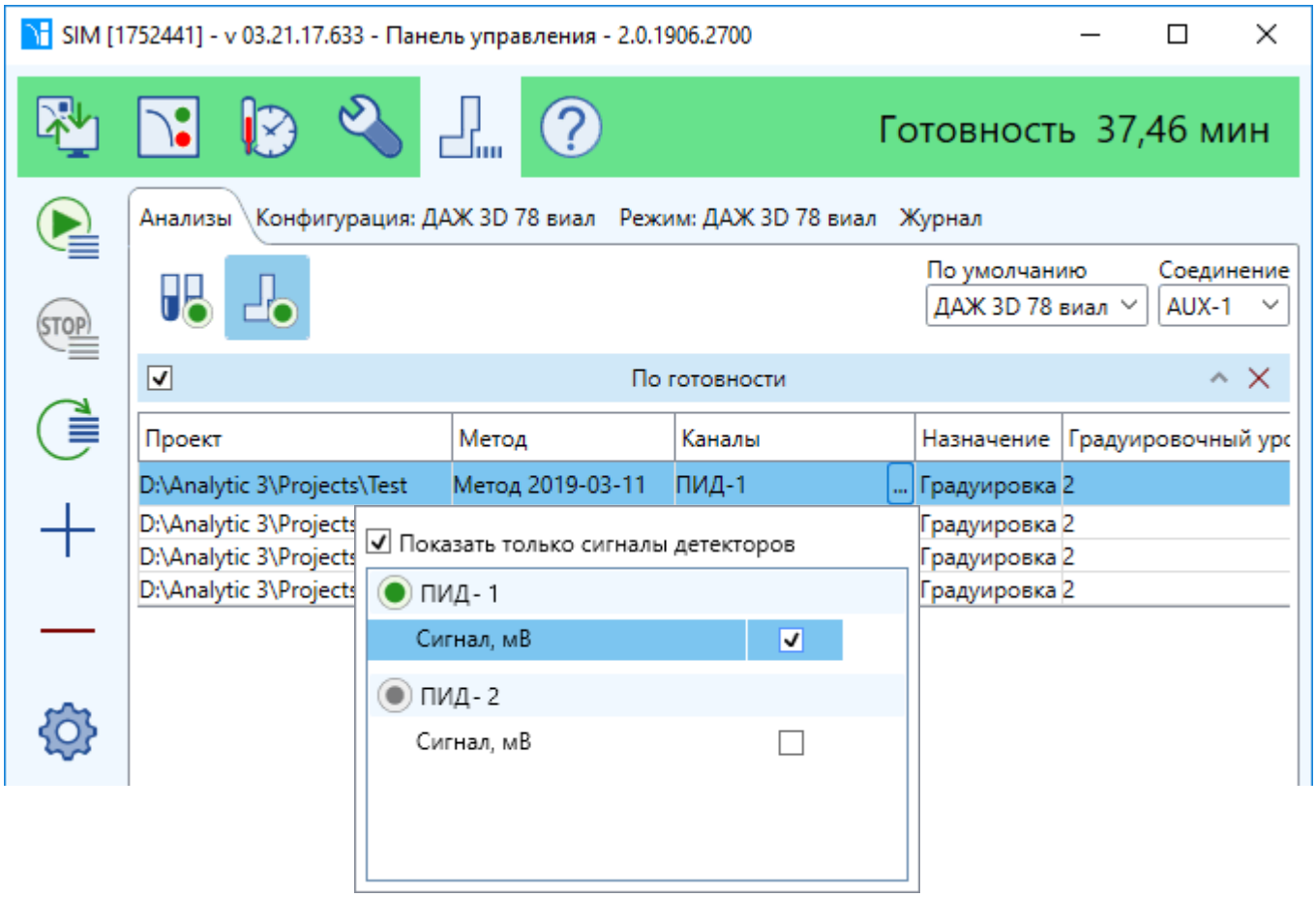


Рисунок 3.51 – Выбор канала

3.14.5 Заполнение информации о пробах

В ячейках **Назначение**, **Проба**, **Объём**, **Оператор** вводится информация, которая сохраняется в паспорте хроматограммы.



Некоторые поля паспорта используются редко и по умолчанию скрыты. Чтобы показать их в таблице, нажмите на кнопку **Настройки** и откройте подменю **Видимость столбцов**. Включите соответствующие галочки в меню настройки таблицы.

Если перед названием пробы добавить символ # – оно будет включено в имя файла хроматограммы.

Примеры: #Бензин АИ-95, #Пробоотборник 1 и т.п.

В столбце **Градуировочный уровень** введите номер градуировочного уровня, заданного в методе (только при проведении градуировки).

3.14.6 Режимы дозаторов

"Панель управления 2.0" поддерживает следующие модели дозаторов:

- ДАЖ-2М с поворотной кассетой на 14 проб.
- ДАЖ-2М с поворотной кассетой на 18 проб.
- ДАЖ-2М с поворотной кассетой на 24 пробы.
- ДАЖ-2М 3D на 78 проб.
- ДАЖ-2М 3D универсальный (с жидкостной опцией на 60 проб и парофазной на 30 проб).

ДАЖ-2М 3D с включённой парофазной опцией в настоящее время пока не работает с новым планировщиком. Особенности работы с ним описаны в отдельном разделе.

- ТДА (термодесорбер автоматический).

Более подробно режимы и алгоритмы работы дозаторов описаны в соответствующих руководствах по эксплуатации.

Оператор может создать неограниченное число режимов работы каждого дозатора, которые сохраняются отдельно от файлов режимов хроматографа.

Чтобы добавить новый режим:

1. Перейдите на закладку **ДАЖ-<Модель дозатора>**. Откроются настройки режима по умолчанию.
2. Нажмите кнопку **Добавить**.
3. Задайте название нового режима.

Режимы дозаторов сохраняются автоматически в файле настроек соединения.

Если вам нужно создать новый режим, на базе существующего, изменив всего 1-2 параметра, клонируйте существующий режим с помощью кнопок **Копировать** и **Вставить**.

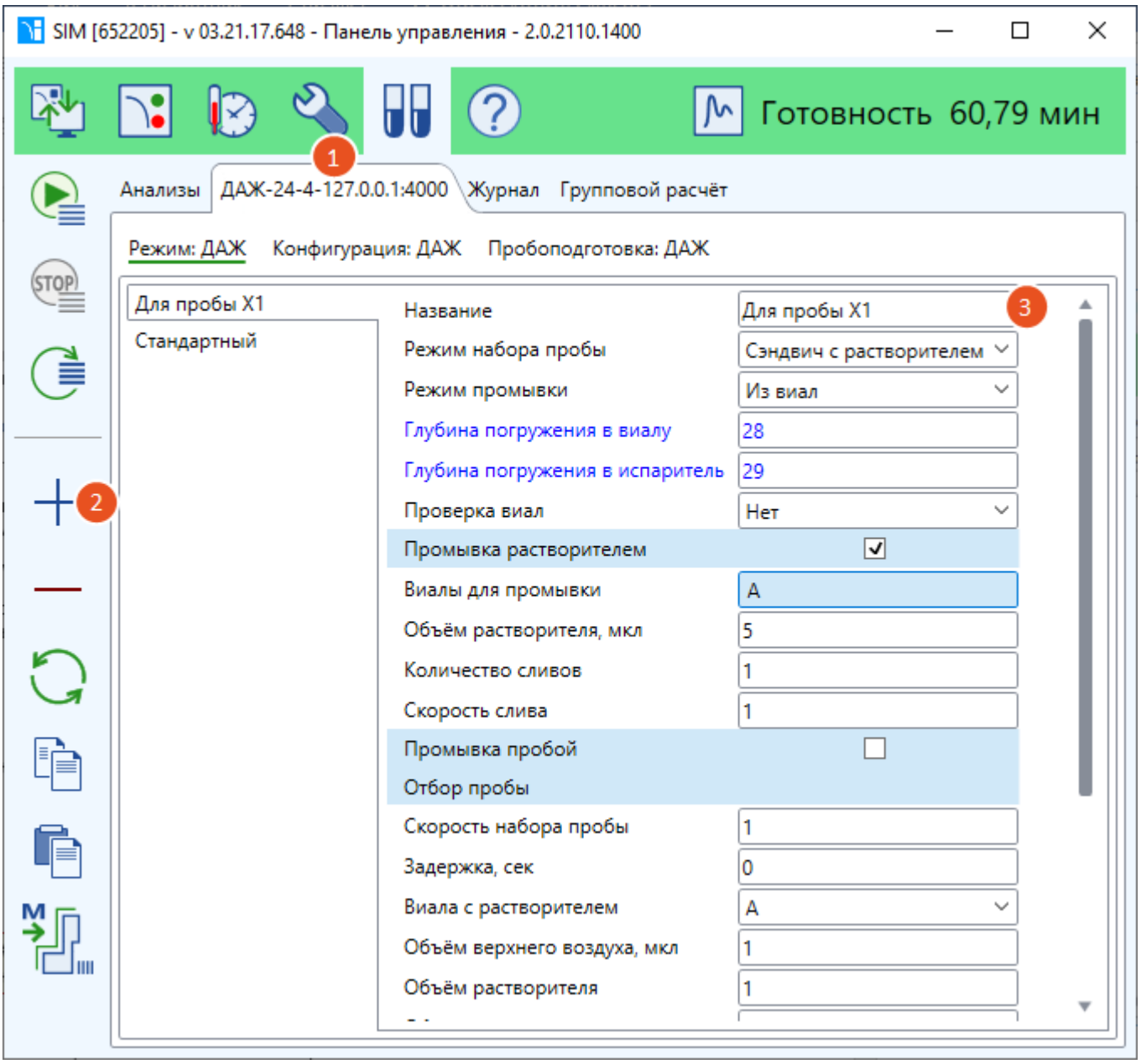


Рисунок 3.52 – Добавление нового режим дозатора

3.14.7 Автоматическое завершение работы

Программа может автоматически выключить компьютер, охладить и выключить хроматограф по завершении всех серий анализов.

Чтобы активировать данную функцию, нажмите на боковой панели инструментов кнопку **Дополнительные команды и настройки**.

Нажмите на кнопку завершения работы.

Укажите действие, которое нужно выполнить при завершении плана анализов. Выбор не запоминается, т.е. при следующем старте плана данная настройка будет выключена.

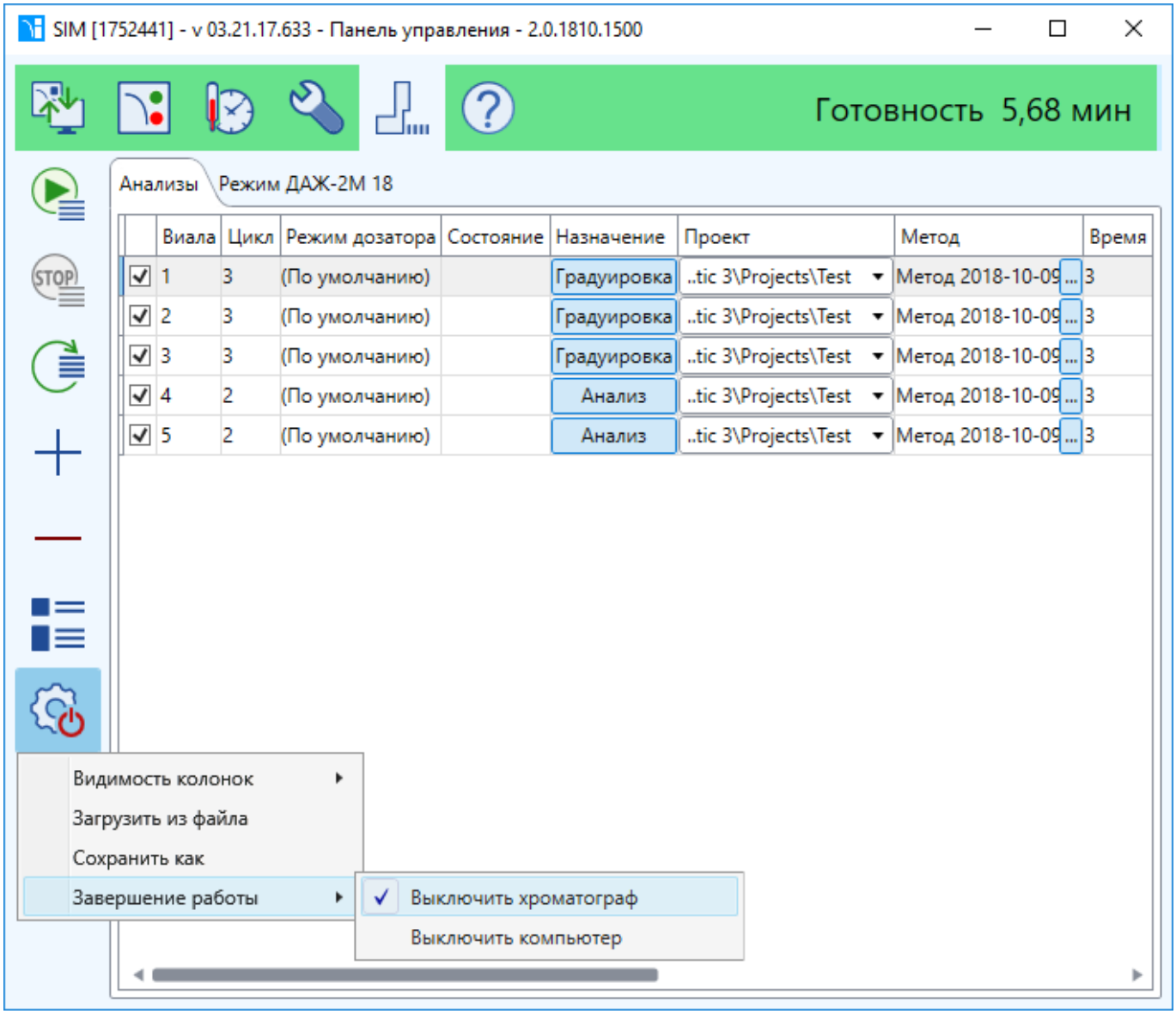


Рисунок 3.53 – Завершение работы

3.14.8 Дозатор ДАЖ-2М (3D) Парофазный

Дозатор ДАЖ-2М 3D парофазный работает со старой версией Планировщика. Для него недоступен сбор градуировки и автоматическая групповая обработка. Данный функционал запланирован и появится в будущих обновлениях.

Для жидкостных дозаторов ДАЖ-2М режим дозатора может быть задан индивидуально для каждого анализа в плане.

В отличие от них режим **ДАЖ-2М парофазного** – общий для всех анализов. Так сделано потому, что "Панель управления" использует "свертку времен подготовки" для сокращения суммарного времени всех анализов.

Дозатор загружает очередную виалу с пробой в свой термостат, не дожидаясь окончания предыдущего анализа. "Панель управления" сам определяет, какова должна быть последовательность выполняемых дозаторов операций, чтобы избежать неоправданных простоев.

Параметры **Термостатирование** и **Задержка** задаются на закладке **Анализы** индивидуально для каждого анализа.

Время задержки должно быть больше времени, затрачиваемого хроматографом на подготовку к следующему анализу.

Для задания режима дозатора, перейдите на закладку **Режим [ДАЖ-2М 3D парофазный]**.

На данной закладке задайте:

- Температуры термостатов.
- Параметры работы шейкера.
- Продувку шприца перед отбором (если требуется).
- Параметры отбора пробы.
- Параметры ввода пробы в испаритель.
- Продувку шприца после ввода (если требуется).

Больше информации о режимах работы дозатора приведено в соответствующем руководстве по эксплуатации.

Выполняемые дозатором операции можно отслеживать с помощью диаграммы на закладке **Анализы**.

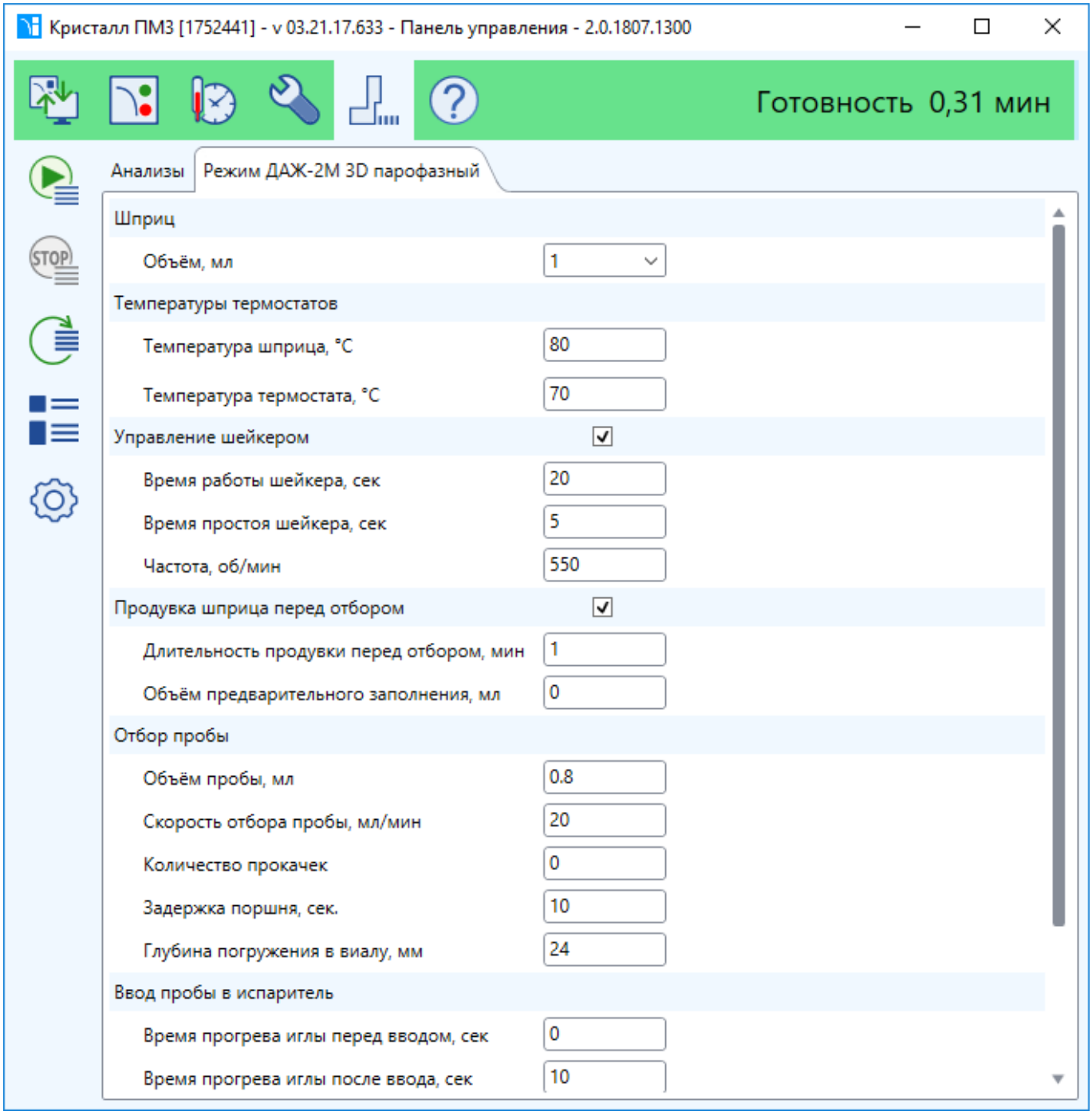


Рисунок 3.54 – Режим ДАЖ-2М 3D парофазный

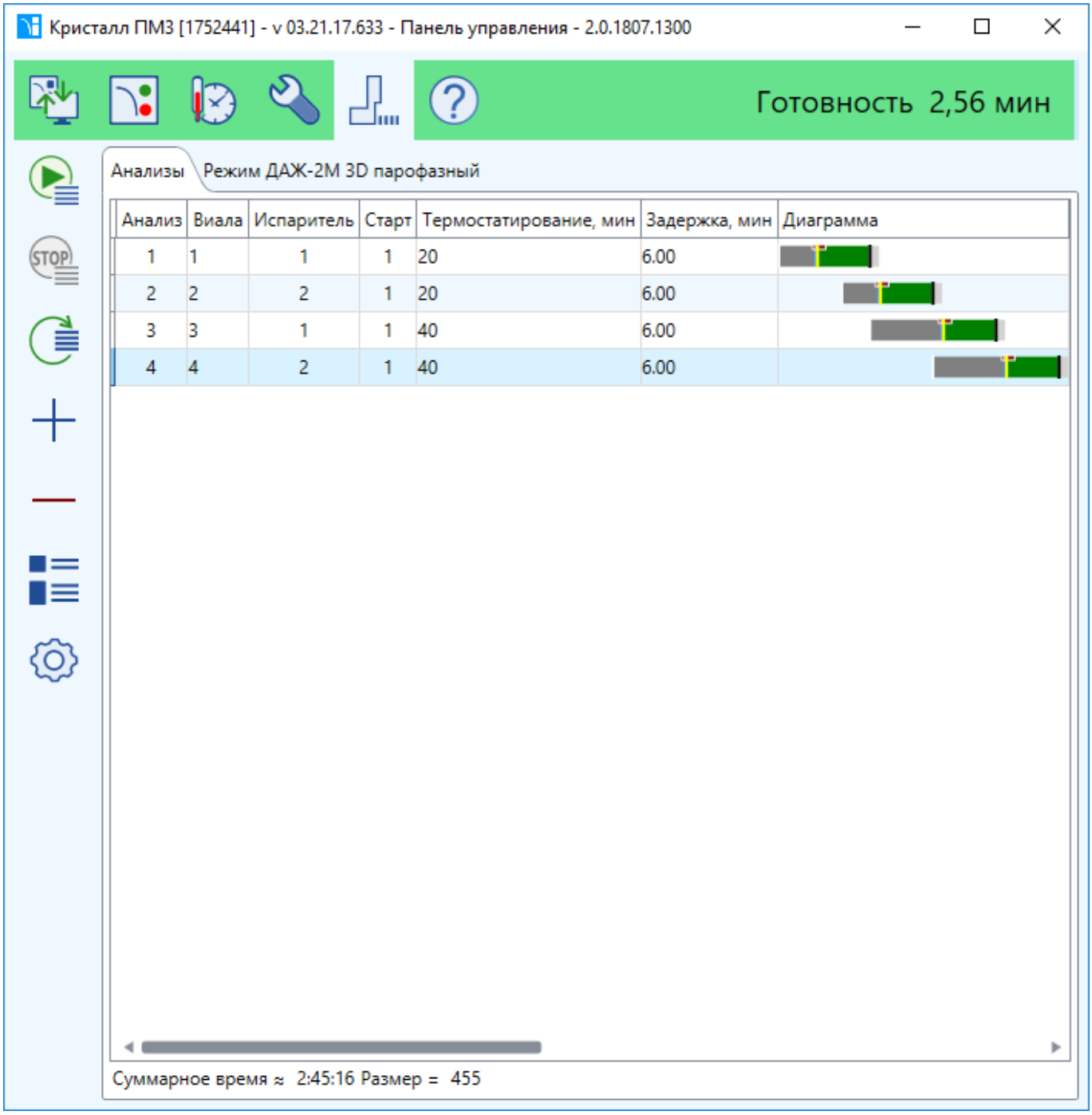


Рисунок 3.55 – Последовательность анализов с ДАЖ-2М 3D парофазным

Таблица 3.3 – Обозначения на диаграмме

Цвет	Что означает
	Время, в течение которого перемещаются движущиеся части дозатора (выполняется загрузка и выгрузка виал) или выполняется продувка. Не задается оператором, определяется конструкцией дозатора и заданным режимом.
	Время термостатирования виалы. Задается оператором на закладке Анализ (для каждого анализа).
	Время, затрачиваемое на отбор пробы. Не задается оператором, определяется конструкцией дозатора и заданным режимом.
	Отметка старта анализа.
	Отметка второго ввода (в том же анализе).
	Время анализа.
	Время задержки после анализа. Задается оператором на закладке Анализ (для каждого анализа).
	Отметка останова анализа.

3.14.9 Дополнительные операции

Фиксация времени удерживания.

Данная операция упрощает процесс записи калибровочных хроматограмм, по которым строится зависимость времени удерживания от давления на входе в колонку.

Суть операции в следующем – для выбранного инструментального метода создаётся четыре клона, в которых заданное давление на входе в колонку отличается в обе стороны на 10% и 20%. Планировщик записывает пять хроматограмм, которые затем используются в "Хроматэк Аналитик" в соответствующем расширении.

- Для включения данной операции щёлкните правой кнопкой мыши на строке с интересующим инструментальным методом.
- Перейдите на закладку Фиксация времён удерживания.
- Введите номер порта ввода. Для данного порта будет изменяться заданное давление.

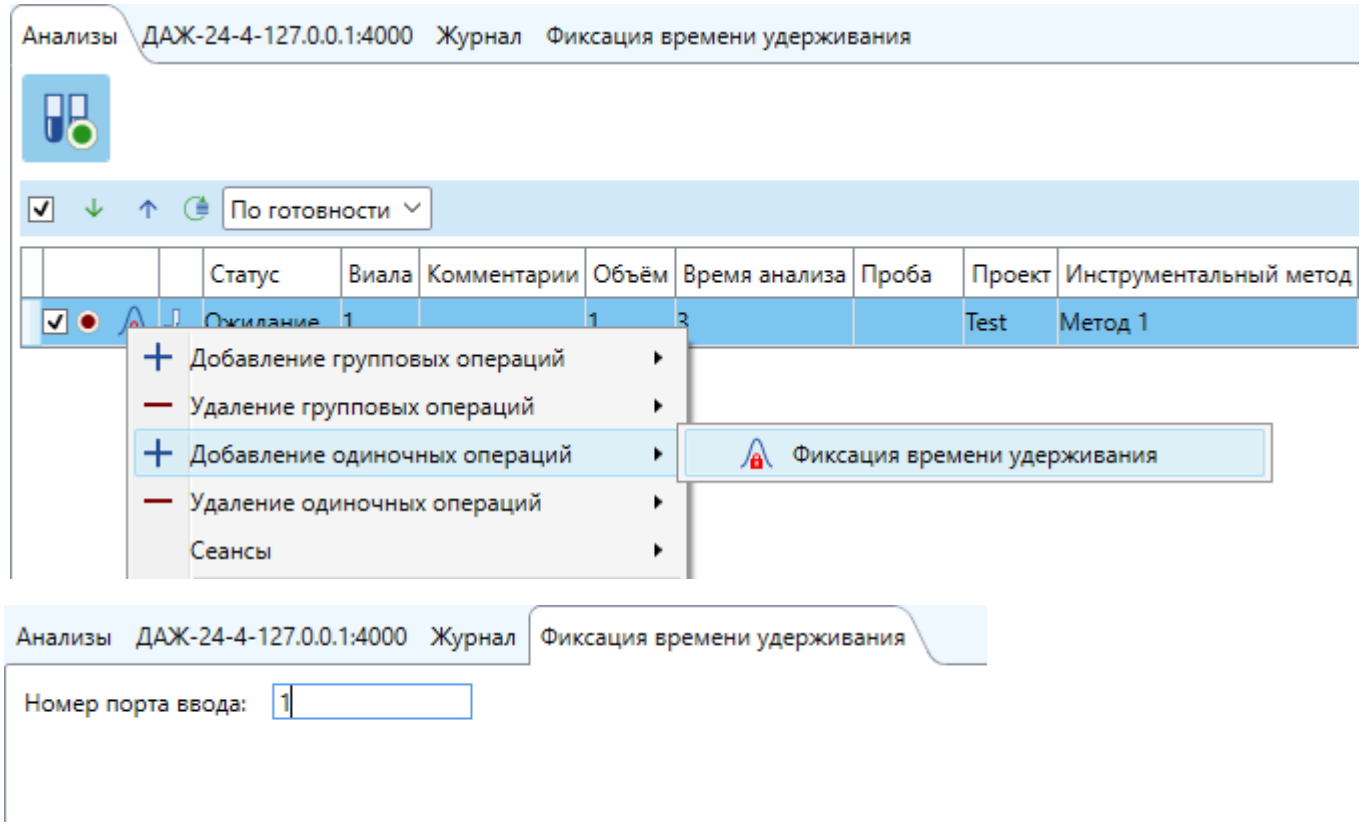


Рисунок 3.56 – Фиксация времени удерживания

3.15 Завершение работы

В "Панели управления" нажмите кнопку Остановка. На экране появится диалог, показанный на рисунке ниже:

Охлаждение ГХ. Для охлаждения газового хроматографа нажмите на соответствующую кнопку. Хроматограф перейдет на этап "Охлаждение". Контролируйте температуру термостат колонок на закладке **Состояние** "Панели управления". По достижении температурой термостат колонок значения 50°C хроматограф можно выключить.

Остановка МСД. Для остановки МСД нажмите соответствующую кнопку. После подтверждения команды будет остановлен насос, начнется охлаждение источника ионов и переходной линии.

Остановка насоса. При работе с жидкостным хроматографом для остановки насоса нажмите соответствующую кнопку.

Спящий режим. Вы можете перевести хроматограф в данный режим на ночь, чтобы утром он автоматически возобновил работу и к заданному времени был готов к проведению анализов.

В данном режиме выключаются все нагреватели, закрываются клапаны газовых регуляторов (прекращается расходование газов). Хроматограф переходит в состояние низкого энергопотребления. Работает только таймер.

Перезагрузка. Позволяет перезапустить прибор.

По достижении заданного времени хроматограф пробуждается. Если в настройках конфигурации указано, какие методы загружать при включении/пробуждении, данные методы запускаются на выполнение.

Таким образом, спящий режим позволяет вывести хроматограф на готовности и провести необходимые предварительные продувки системы к началу рабочего дня. Разумеется, электрическое питание на ночь не должно выключаться.

Для перехода в спящий режим задайте время пробуждения и нажмите на соответствующую кнопку.

В спящем режиме соединение с хроматографом будет разорвано, но если пользователь не закроет "Панель управления" и не выключит компьютер, то при пробуждении соединение будет восстановлено автоматически.

4 ОБРАБОТКА ХРОМАТОГРАММ

Качественный и количественный состав пробы по данным хроматографического или масс-спектрометрического анализа определяются в программе "Хроматэк Аналитик".

Нередко требуется не только определить качественный и количественный составы пробы, но и выполнить какие-либо дополнительные операции с полученными хроматографическими или масс-спектрометрическими данными. Подобные задачи в "Хроматэк Аналитик" можно выполнить с помощью расширений программы.

Программа "Хроматэк Аналитик" стартует автоматически при запуске соединения с хроматографом.

Так же её можно запустить в автономном режиме из программы Хроматэк Навигатор. В этом случае вы можете просматривать и обрабатывать ранее записанные хроматограммы, создавать отчёты, но не можете записывать новые хроматограммы.

4.1 Интерфейс программы

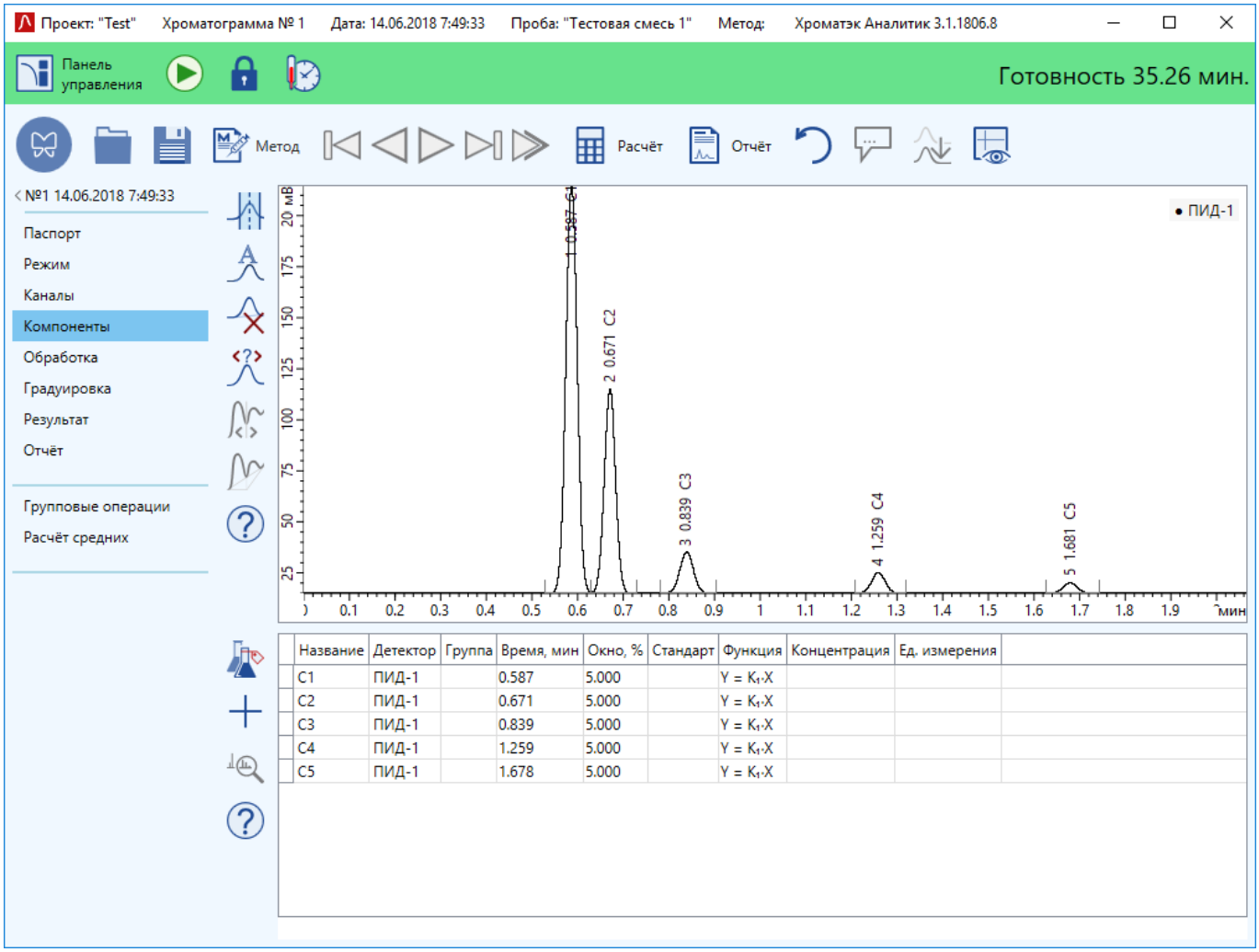
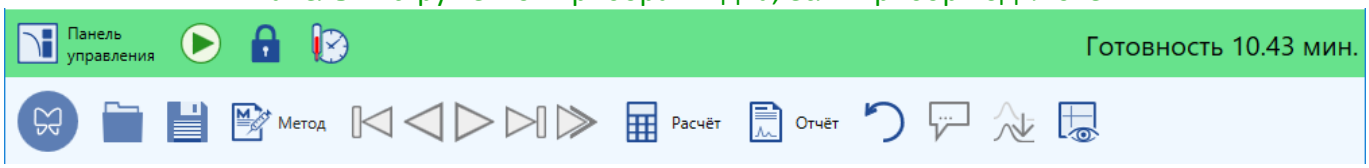


Рисунок 4.1 – Главное окно "Хроматэк Аналитик 3.1"

В верхней части окна расположены панели инструментов. Одна из них видна только если "Хроматэк Аналитик" подключен к "Панели управления".

Панель инструментов прибора. Видна, если прибор подключен



Основная панель инструментов. Видна всегда

Рисунок 4.2 – Главное окно "Хроматэк Аналитик 3.1"



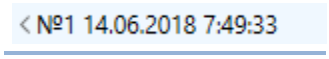
Кнопка **Замок** на панели инструментов прибора предназначена для управления связью с новой хроматограммой.

- Если замок закрыт, то при старте нового анализа открывается новая записываемая хроматограмма.
- Если замок открыт, то при старте нового анализа на экране остаётся текущая хроматограмма, с которой вы работали.

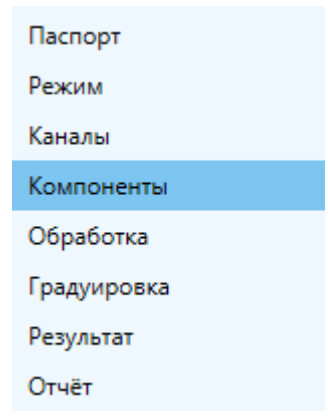


Перейти к новой хроматограмме можно в любой момент с помощью соответствующей кнопки навигации.

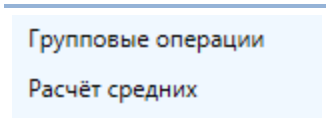
На боковой панели расположены закладки и кнопки, с помощью которых пользователь выбирает разделы настроек метода, результаты расчёта, расширения программы:



Кнопка вызова меню истории переходов по хроматограммам.



Закладки параметров **текущей открытой** хроматограммы.
Соответствуют закладкам "Хроматэк Аналитик 3.0".
Паспорт
Режим
Каналы
Компоненты
Обработка
Градуировка
Результат
Отчёт



Расширения, предназначенные для работы с **группами хроматограмм**.

Боковую панель можно свернуть, чтобы освободить больше месте для хроматограммы.

Чтобы свернуть боковую панель, нажмите на кнопку **<**:



Окно примет следующий вид:

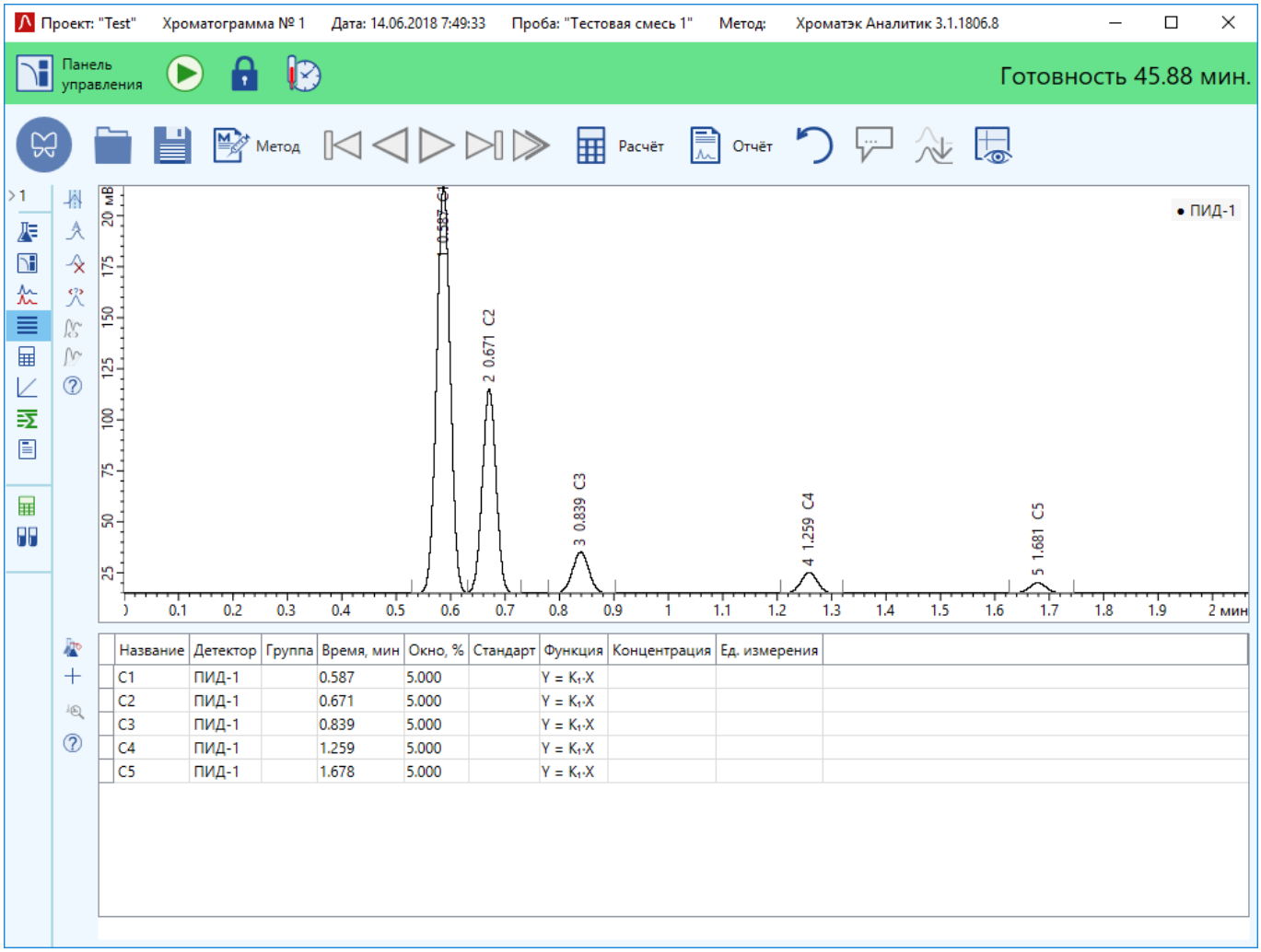


Рисунок 4.3 – Главное окно "Хроматэк Аналитик 3.1" со свёрнутой боковой панелью

Чтобы снова показать панель, нажмите на эту же кнопку.

В зависимости от выбранной закладки становятся доступны контекстные панели инструментов (вертикальные).

Все панели инструментов можно настроить, добавить дополнительные кнопки или скрыть неиспользуемые.



На верхней панели инструментов расположена кнопка **Изменить вид**. С её помощью вы можете выбрать расположение контента на закладках (взаимное расположение графика хроматограммы, таблиц и других настроек).

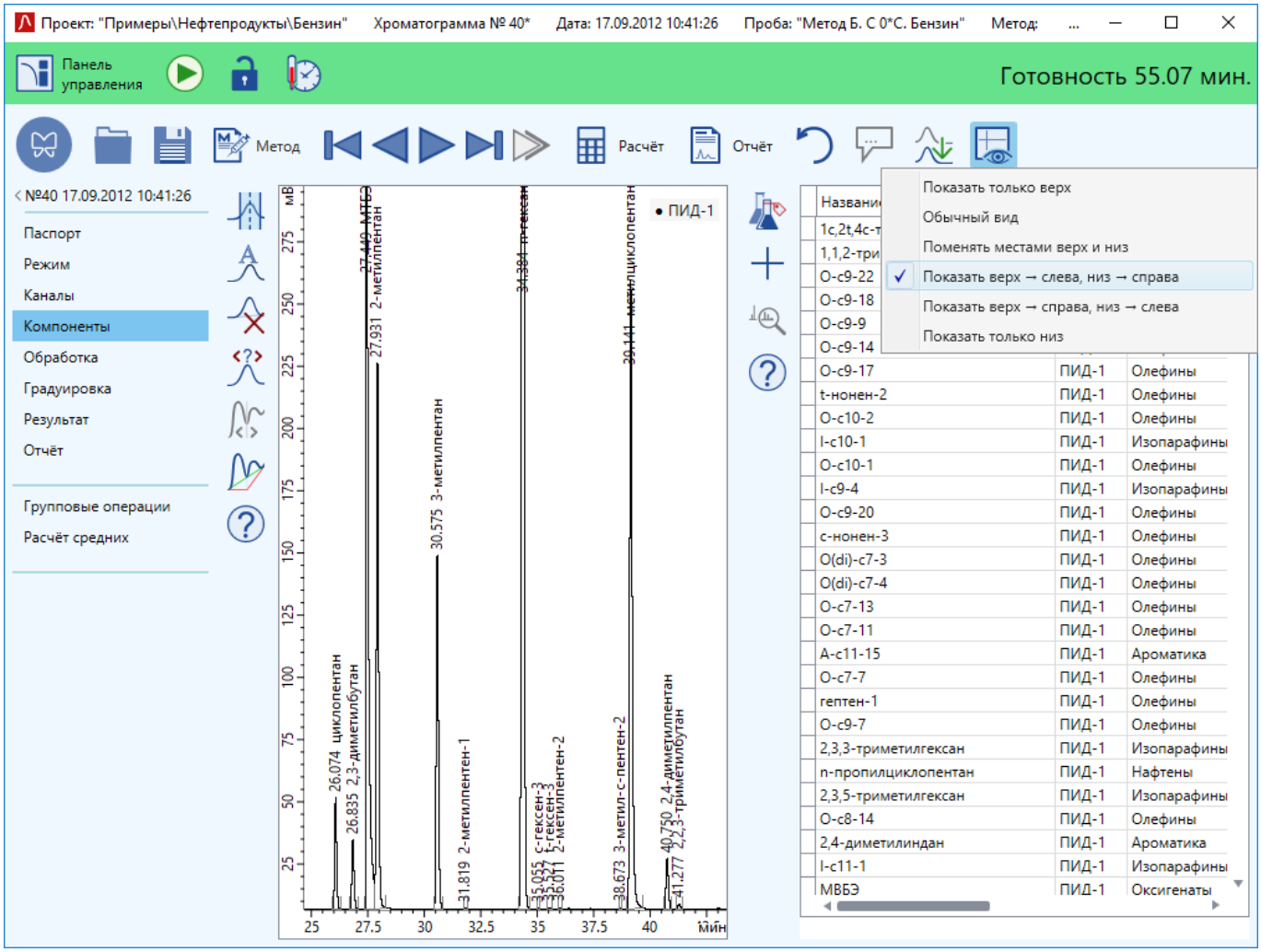


Рисунок 4.4 – Главное окно "Хроматэк Аналитик 3.1" изменённым расположением таблицы компонентов относительно графика

На верхней панели инструментов вы можете отобразить часто востребованные параметры паспорта для просмотра и редактирования.

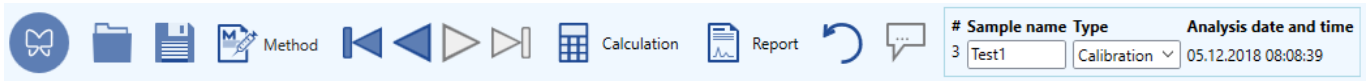


Рисунок 4.5 – Параметры паспорта хроматограммы на панели инструментов

4.2 Работа с проектом

Результаты хроматографического анализа сохраняются в файлах с расширением **CHRX**. Эти файлы хранятся в папках, называемых **проектами**.

Путь к проектам: [Хранилище данных]**\Analytic3\Projects**

Перед началом работы в программе "Хроматэк Аналитик" необходимо создать проект. Эта настройка проводится на этапе создания соединения.

Когда оператор запускает соединение с хроматографом, при загрузке "Хроматэк Аналитик" автоматически подключается настроенный в соединении проект и открывается последняя по дате записи хроматограмма.

Если оператор запускает "Хроматэк Аналитик" без подключения к хроматографу, открывается диалог выбора проекта.

В любой момент вы можете перейти в другой проект и выбрать там любую хроматограмму.

Новые хроматограммы будут записываться в тот проект, который задан в настройках соединения.

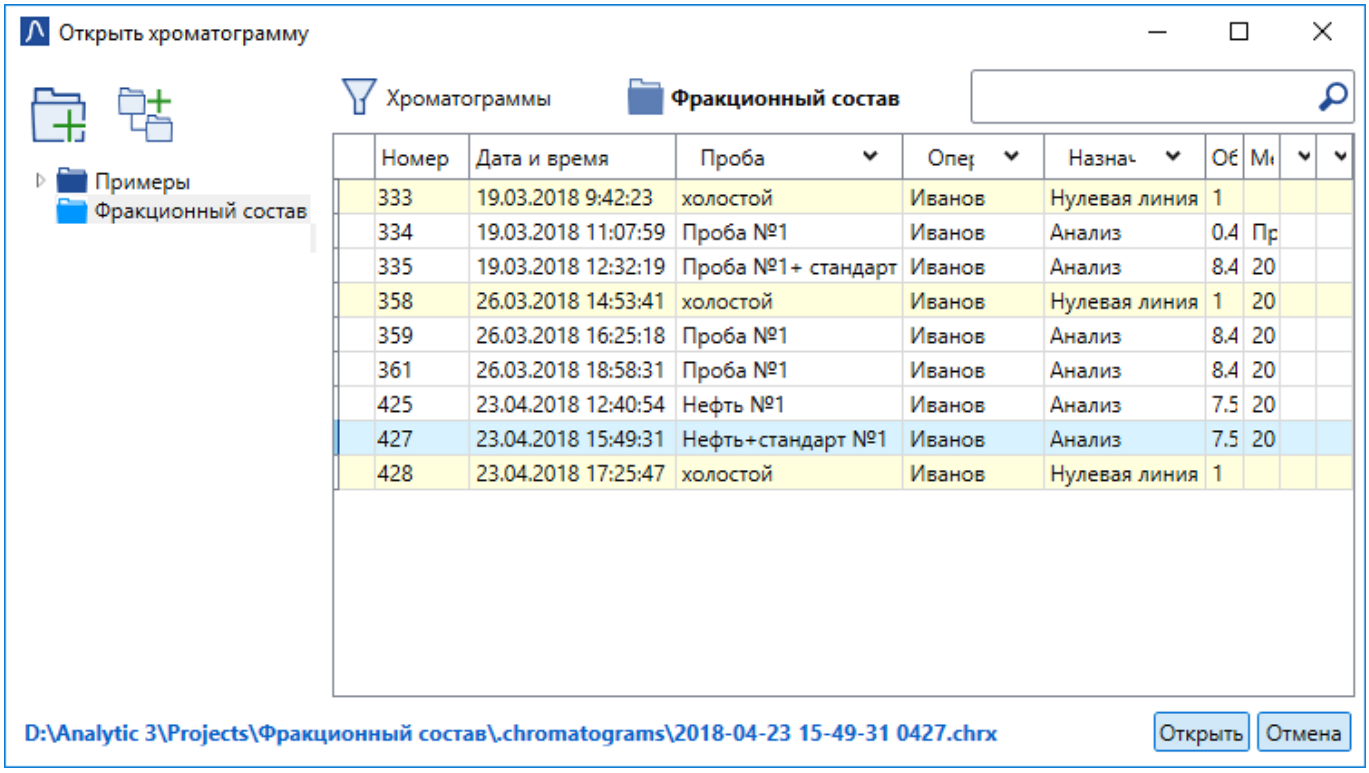


Рисунок 4.6 – Список проектов и хроматограммы в выбранном проекте

Для создания нового проекта в диалоге **Проекты** нажмите на кнопку **Создать проект**.

- Задайте имя нового проекта.
- Вы можете скопировать настройки уже существующего проекта, чтобы не создавать их заново. Для этого включите галочку.

- Выберите проект, из которого будут скопированы настройки.
- Нажмите **Применить**.

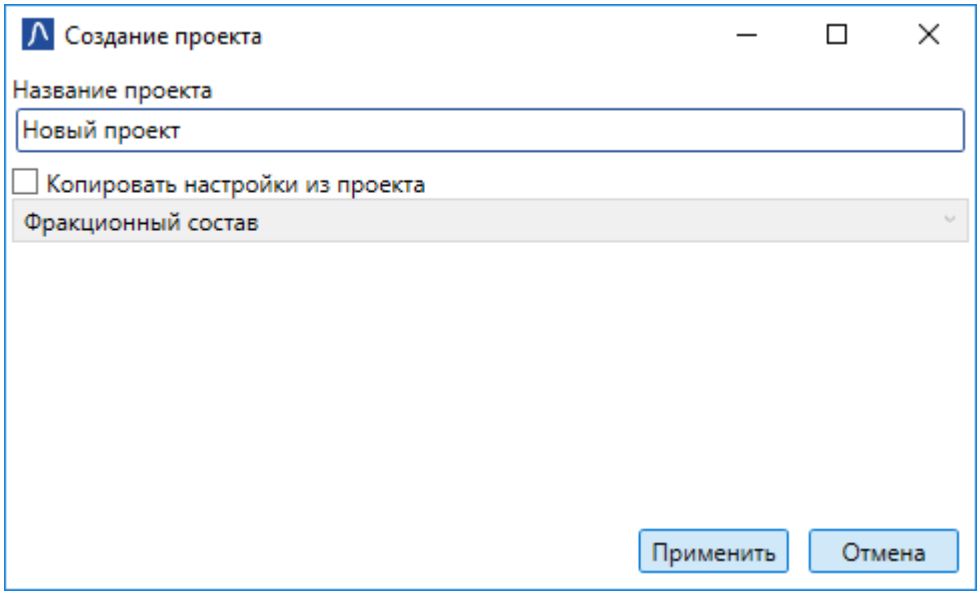


Рисунок 4.7 – Создание проекта

Вы можете так же создать вложенные проекты. Число вложений не ограничено.

Когда хроматограмм в проекте много, чтобы быстро найти нужную можно пользоваться фильтрами.

Чтобы задать фильтр нажмите на кнопку ⌄ в заголовке какого-либо столбца, по которому хотите отфильтровать хроматограммы.

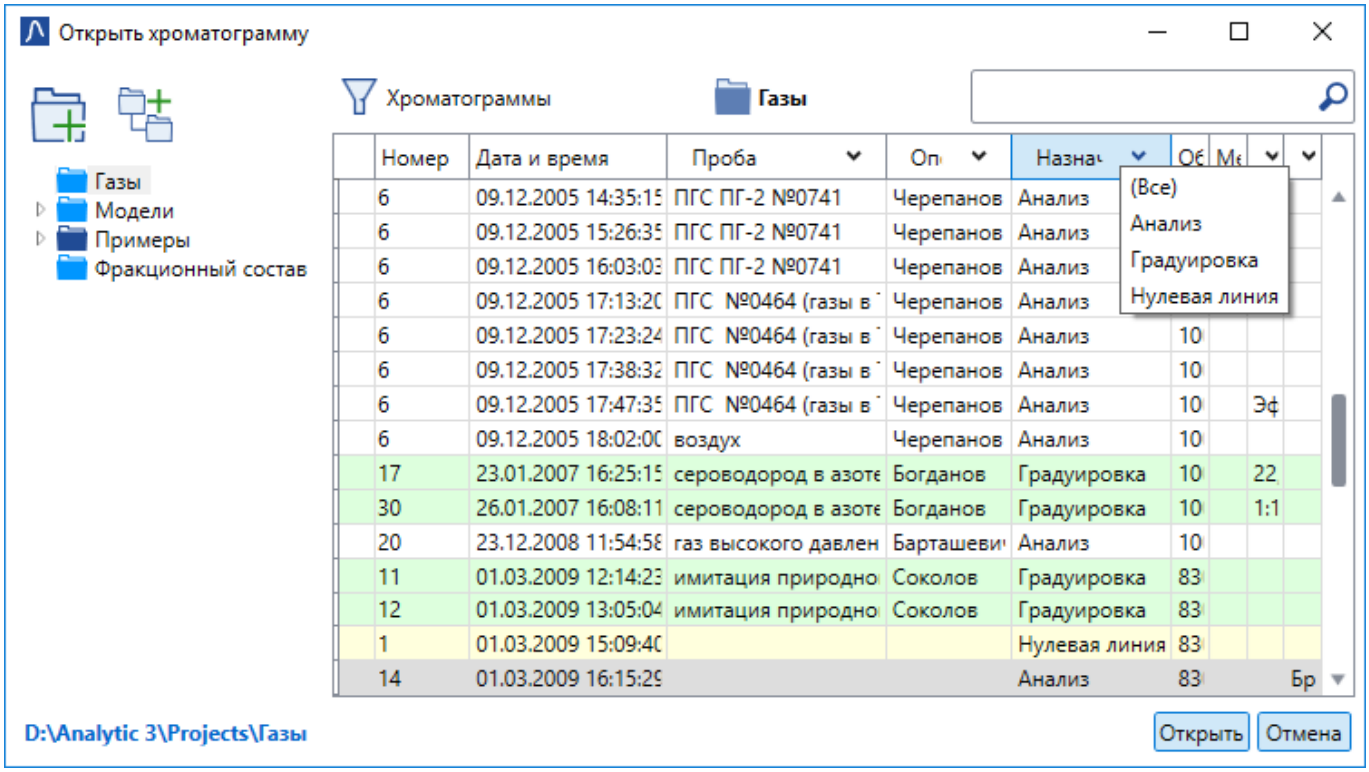


Рисунок 4.8 – Фильтры списка хроматограмм

Когда для какого-то из столбцов выбран фильтр, заголовок этого столбца выделяется красным.

При выполнении **поиска** все прочие фильтры выключаются. Поиск выполняется по всем столбцам. Достаточно совпадения части строки запроса с любым из параметров в списке.

- Так же вы можете использовать фильтры по дате и фильтр методов. Нажмите на кнопку **Хроматограммы**.
- Выберите год и месяц, за которые хотите показать хроматограммы.
- Если нужно показать только методы, выберите соответствующий узел дерева.

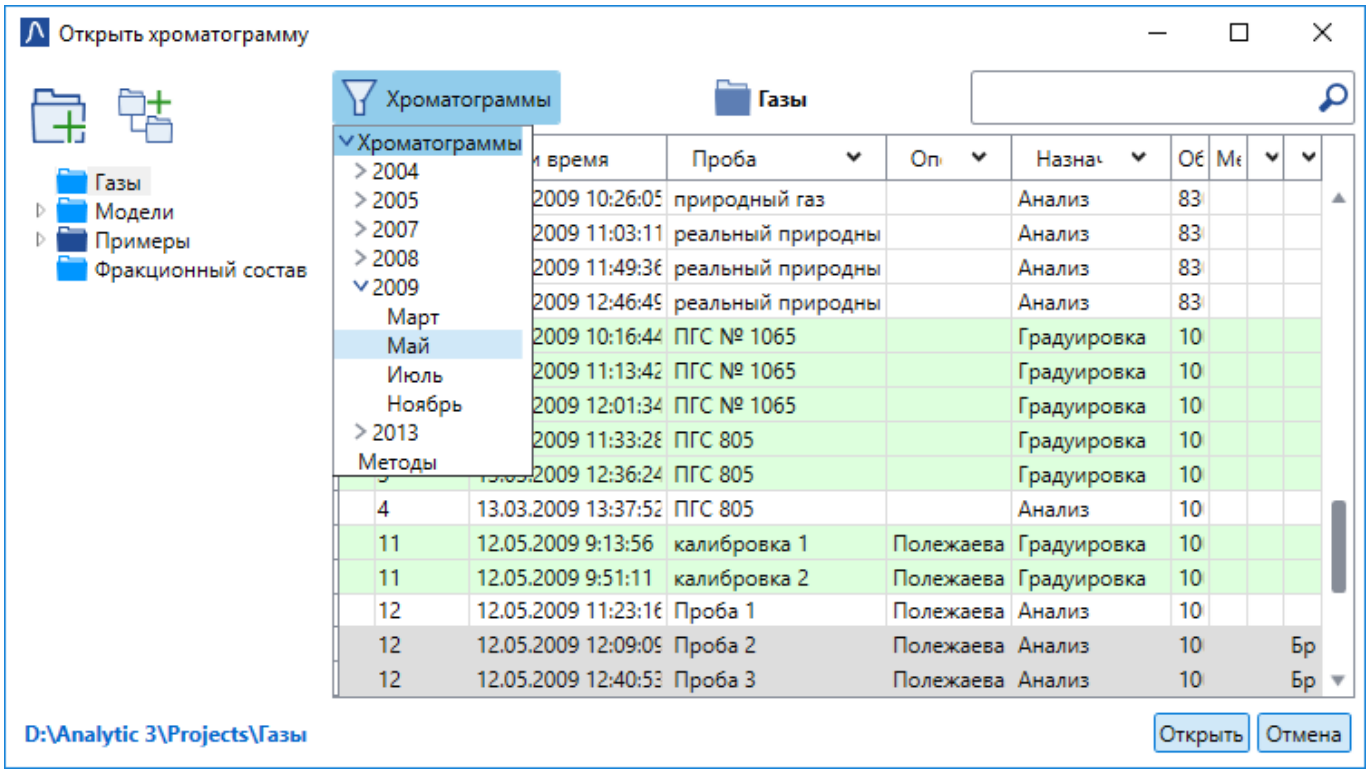


Рисунок 4.9 – Фильтры списка хроматограмм по дате

Щелчок по заголовку столбца позволяет включить сортировку хроматограмм по содержимому данного столбца. По умолчанию включена сортировка по дате и времени анализа.

Строки в таблице выделяются цветом по типам хроматограмм:

Анализ
Градуировка
Контрольный образец
Нулевая линия
Брак

Открытая хроматограмма выделяется в списке жирным шрифтом.

Цвет иконки проекта отражает дату его последнего изменения (изменение настроек, списка хроматограмм):

Меньше 7 дней.

Меньше 30 дней.

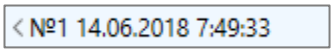
Меньше 90 дней.

Больше 90 дней.

Для навигации по хроматограммам используются кнопки на главной панели инструментов:



А также кнопка истории открытых хроматограмм.



По умолчанию она содержит список из 10 последних открытых хроматограмм:

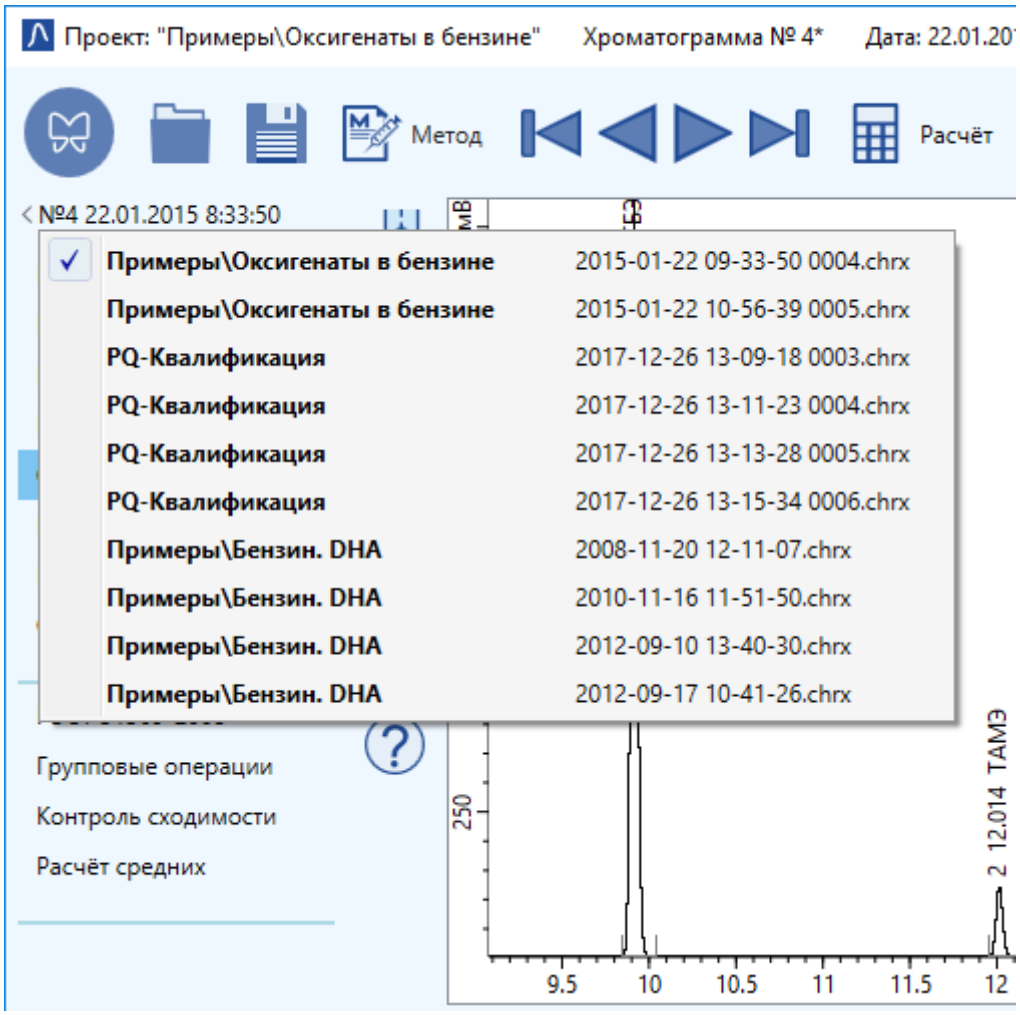


Рисунок 4.10 – История открытых хроматограмм

Вы можете перемещаться по хроматограммам во время анализа. Чтобы перейти к новой записываемой хроматограмме нажмите соответствующую кнопку.

4.3 Настройка программы обработки

После первого запуска "Хроматэк Аналитик" его необходимо настроить в соответствии с индивидуальными требованиями, предъявляемыми аналитическими задачами пользователя.

Перейдите в главное меню программы.

Выберите пункт **Настройки**.

Все настройки "Хроматэк Аналитик" делятся на две категории:

- **Общие**. Применяются ко всем проектам.
- **Настройки проекта**. Применяются к текущему открытому проекту.

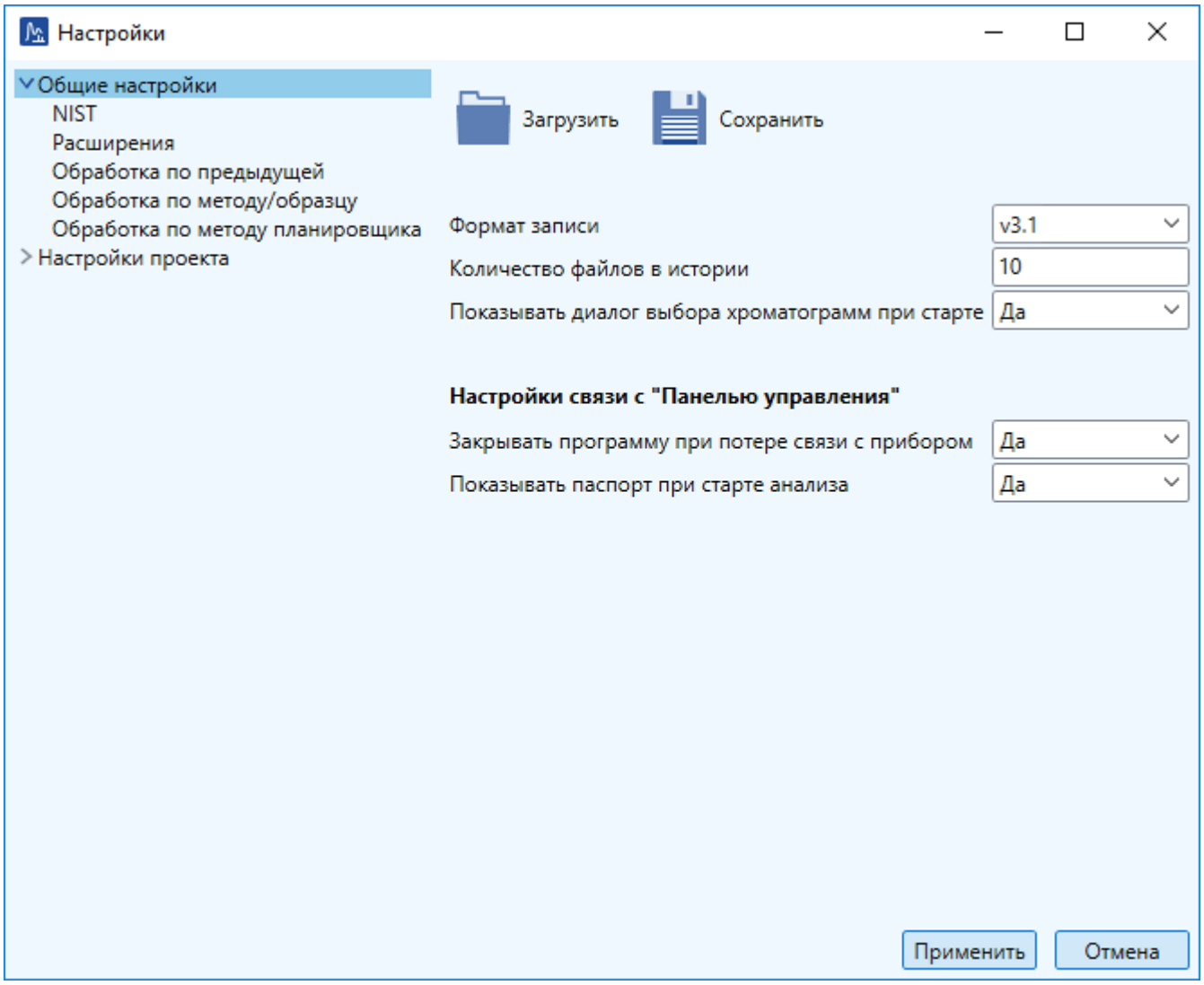


Рисунок 4.11 – Общие настройки "Хроматэк Аналитик 3.1"

4.3.1 Общие настройки

 **Загрузить** – загрузка настроек из файла.

 **Сохранить** – сохранение настроек в отдельном файле.

Данные операции могут применяться, если вам необходимо иметь несколько вариантов настройки программы.

Формат записи. Формат хроматограмм. Поддерживаются форматы 3.0 и 3.1.

Формат 3.1 более эффективен. Хроматограмма в этом формате имеет меньший размер и открывается быстрее. Однако если вы используете внешние расширения, версии которых ниже **x.x.1808.29** (т.е. дистрибутив создан до 29.08.2018), то хроматограммы, сохранённые в формате 3.1 открываться не будут. Вам нужно изменить формат на 3.0 или обновить версии внешних расширений. Новые версии вы можете скачать с сайта "Хроматэк" или запросить по почте: soft@chromatec.ru.

По умолчанию при установке "Хроматэк Аналитик" задаётся старый формат 3.0.

Количество файлов в истории. По умолчанию – 10. Вы можете задать любое число.

Показывать диалог выбора хроматограмм при старте. Когда "Хроматэк Аналитик" запускается программой "Панель управления", диалог выбора хроматограмм не будет показан, независимо от данной настройки. В этом случае открывается заданный в соединении проект и последняя хроматограмма в нём.

Закрывать программу при потере связи с прибором. Рекомендуемое значение – **Да**.

Показывать паспорт при старте анализа. При работе с Планировщиком и при использовании функции заполнения паспорта перед анализами рекомендуемое значение – **Нет**.

Закрывать программу при превышении памяти. Защита от возможных утечек памяти. Рекомендуемое значение – **Да**.

Открывать замок только вручную. По умолчанию – **Нет**. Если выбрать **Да**, то при переходе на другую хроматограмму замок автоматически не открывается. Назначение замка описано в разделе интерфейс программы.

4.3.2 Настройки NIST

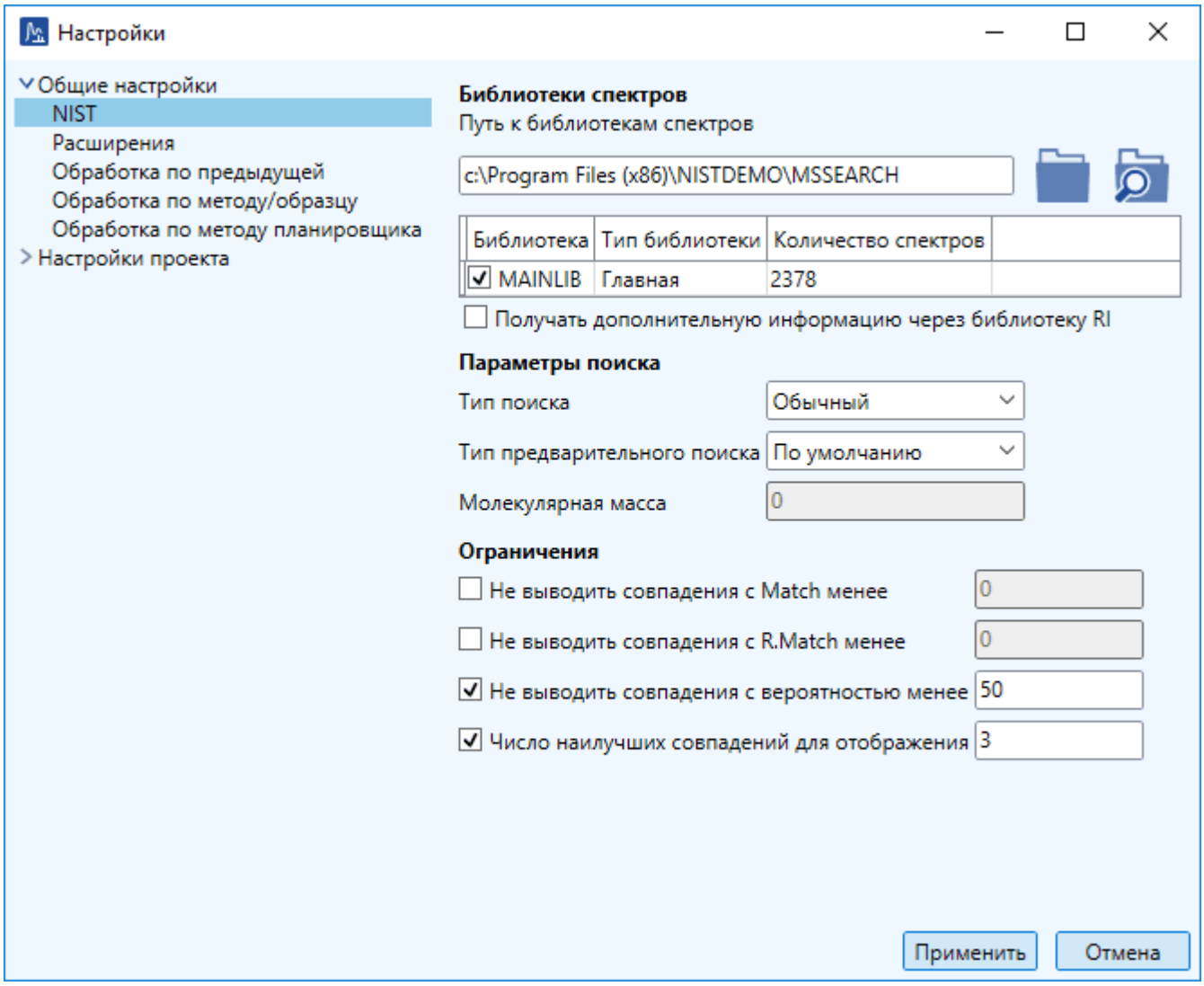


Рисунок 4.12 – Настройки NIST

Группа параметров **Библиотеки спектров** определяет путь к используемой программе поиска спектров, а также позволяет изменять состав активных библиотек. Если отсутствует указание на каталог с установленной NIST или ни одна из библиотек не выбрана для проведения поиска, то это не будет являться препятствием для продолжения работы программы, но идентифицирующий поиск по библиотекам не будет проведен.

Путь к библиотекам спектров. Путь к каталогу, в который установлена программа NIST MS Search и библиотека NIST. Дополнительные библиотеки должны быть также записаны в эту папку.

Программа может выполнить автопоиск библиотеки.

Библиотеки. В таблице перечислены все библиотеки, находящиеся в каталоге, с кратким описанием (название, тип, количество записей). Чтобы добавить библиотеку в список активных, отметьте её в списке.

Получать дополнительную информацию через библиотеку RI. Если опция включена, в детальную информация по кандидату добавляется дополнительная информация из библиотеки.

Тип поиска:

- **По соответствию**. Данный тип поиска подходит для спектра, для которого известно наличие соответствия в одной или нескольких выбранных для поиска библиотек.
- **Обычный**. Данный тип поиска установлен по умолчанию. Использует несколько (до 4) критериев предварительного поиска. Находит больше кандидатов для последующего поиска, чем "Быстрый".
- **Быстрый**. Использует один алгоритм предварительного поиска, при котором происходит приблизительное сравнение.
- **Исключить редкие соединения**. Понижает вероятности "редких" соединений в списке кандидатов. Соединение считается "редким", если в информации о нем указано мало ссылок на другие химические библиотеки, в которых оно присутствует.
- **По сходству**. Используйте данный тип поиска, если Вы уверены, что спектр не имеет совпадений в выбранных для поиска библиотеках. Алгоритм будет искать библиотечные спектры, подобные представленному спектру.
- **Простой**. Использует 4 критерия предварительного поиска, но предпочтительнее для спектров, полученных от молекул, близких по структуре к анализируемому соединению.
- **Совмещенный**. Смешанный поиск с использованием принципов простого поиска и по спектру нейтральных потерь.
- **Нейтральные потери**. Этот тип поиска использует оценку массы. молекулярного иона. В результаты поиска будут включены соединения, имеющие похожие спектры нейтральных потерь (начиная от массы молекулярного иона).

Тип предварительного поиска:

- **По умолчанию**. Обычный поиск.
- **Быстрый**. Поиск похож на "По умолчанию", но количество результатов примерно в 3 раза меньше.
- **Не проводить**. Предварительный поиск отключен, поэтому основной поиск занимает больше времени. Это может быть полезным, если предварительный поиск "По умолчанию" не дает хороших совпадений.
- **По молекулярной массе**. Также применяется сразу детальный поиск, но в него включаются только соединения с указанной молекулярной массой.

Группа параметров **Ограничения** позволяет уменьшить количество выводимых совпадений (кандидатов).

Не выводить совпадения с Match (RMatch) менее... Исключить из списка кандидатов все соединения, для которых значение Match (или RMatch) меньше заданного.

Не выводить совпадения с вероятностью менее... Исключить из списка кандидатов все соединения с вероятностью меньше заданной.

Число наилучших совпадений для отображения. Ограничить список кандидатов несколькими первыми, имеющими наибольшие вероятности.

4.3.3 Добавление и удаление расширений

В этом разделе вы можете включить/выключить отображение расширений на боковой панели "Хроматэк Аналитик".

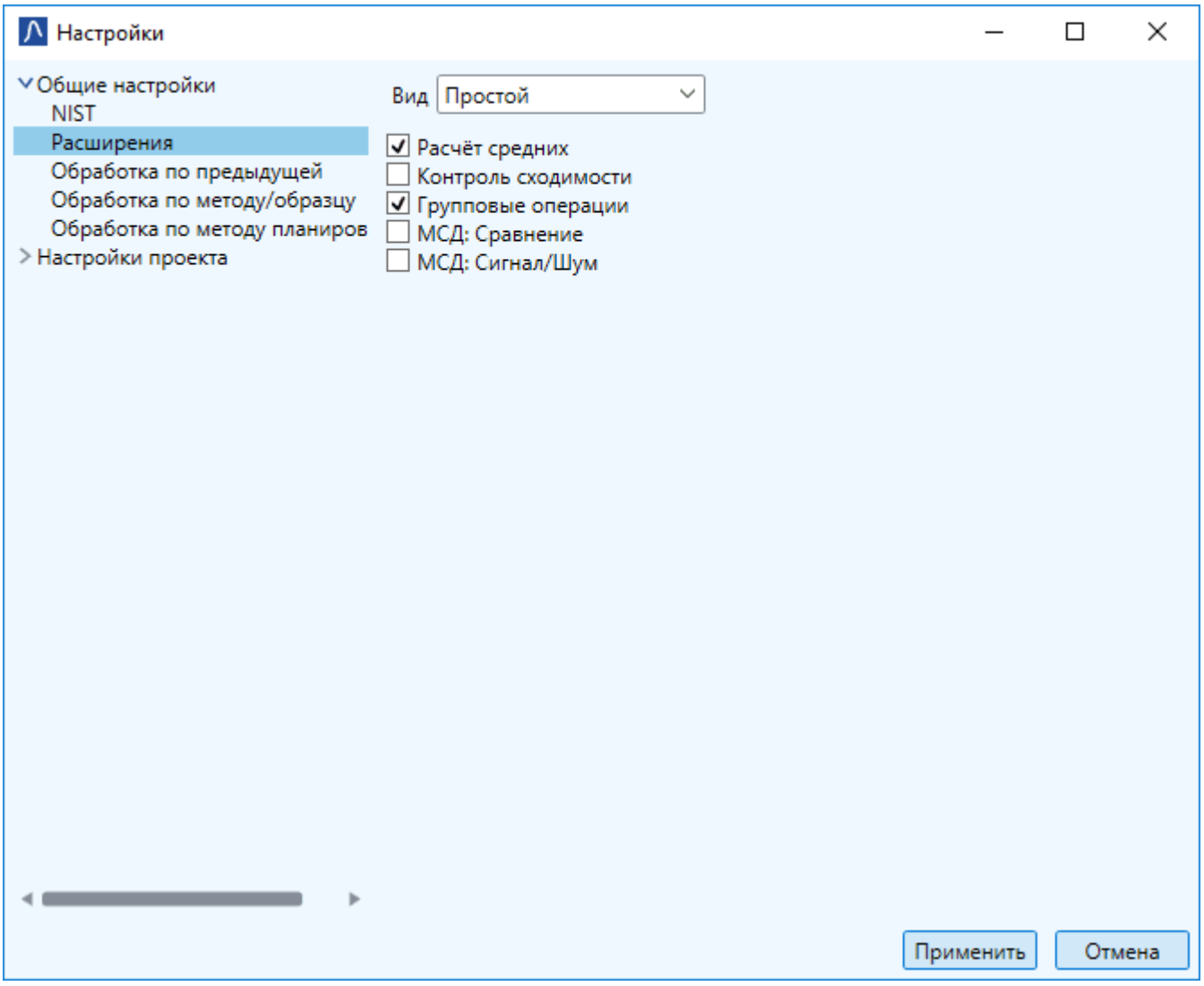


Рисунок 4.13 – Настройки расширений

4.3.4 Обработка по предыдущей (по методу)

При выполнении этих операций из хроматограммы-образца или метода в текущую хроматограмму переносится набор настроек. Вы можете самостоятельно указать, какие данные следует копировать из образца.

Копировать поля пользователя. Данная настройка оставлена для совместимости с предыдущими версиями "Хроматэк Аналитик". В настоящее время поля пользователя копируются из предыдущей хроматограммы всегда, независимо от активности опции.

Копировать значения полей пользователя. Для обработки по методу эта опция выключена.

Копировать паспорт. Из паспорта будут скопированы поля:

- Оператор.
- Название пробы.
- Дата отбора пробы.
- Место отбора пробы.
- Колонка.
- Номер протокола.
- Штрихкод.
- Комментарии.

Добавить предыдущую хроматограмму в градуировку. Если эта опция будет выключена, то создание градуировки накоплением точек при выполнении операции Обработать как предыдущую будет невозможно.

Эта опция выключена в настройках обработки по методу планировщика, поскольку если Планировщик активен, то процесс накопления градуировочных точек он выполняет сам.

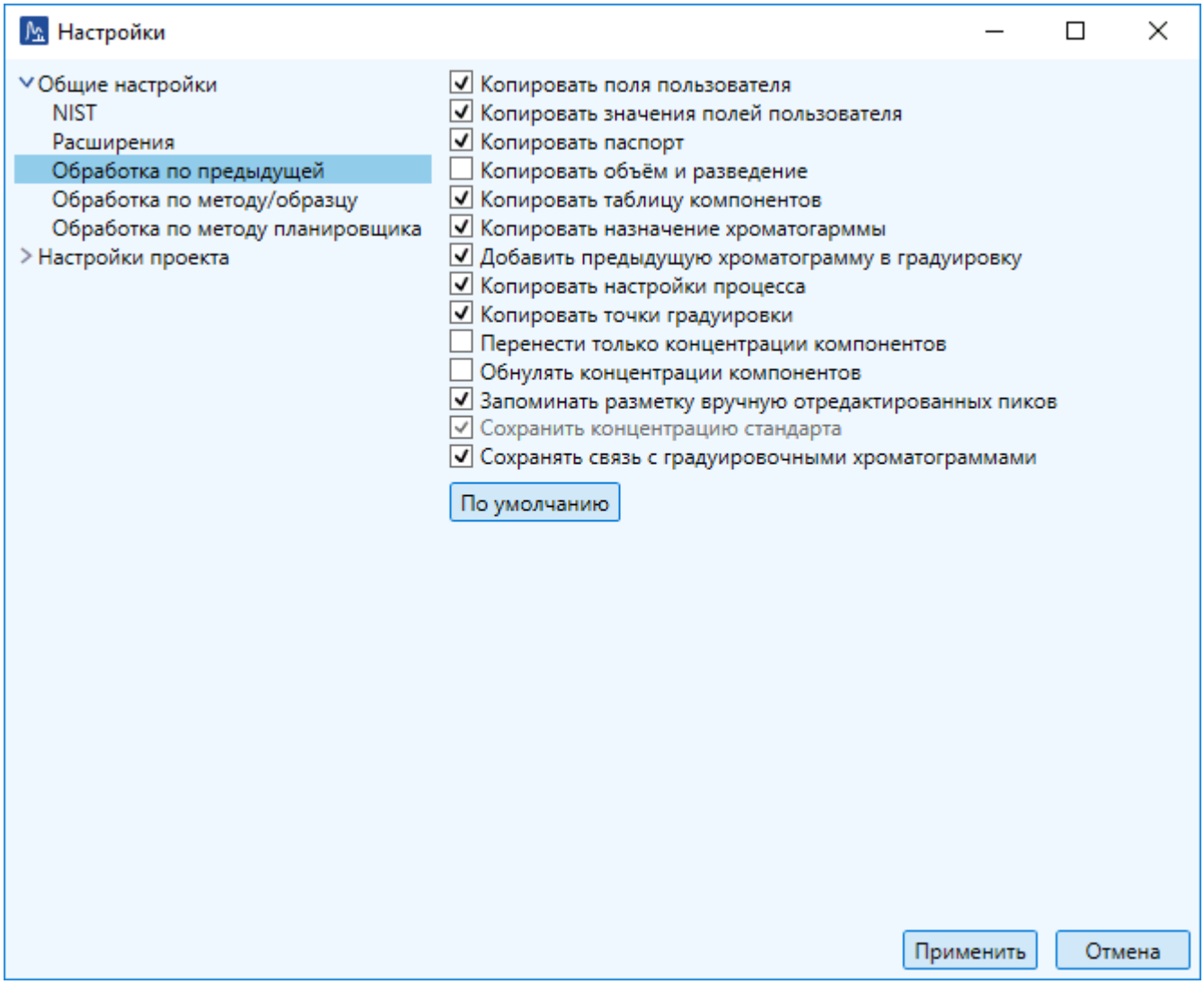
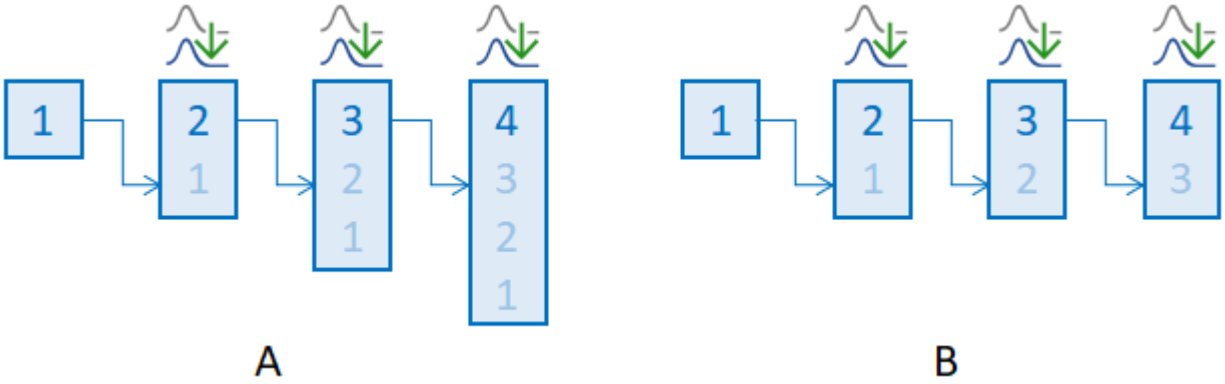


Рисунок 4.14 – Обработка по предыдущей

Копировать точки градуировки. Если выключить эту опцию, то при выполнении операции Обработать как предыдущую градуировка будет состоять всего из двух хроматограмм – текущей и предыдущей.



A – опции "Добавить предыдущую хроматограмму в градуировку" и "Копировать точки градуировки" – включены.

B – опция "Копировать точки градуировки" – выключена.

Рисунок 4.15 – Градуировка. Обработка по предыдущей

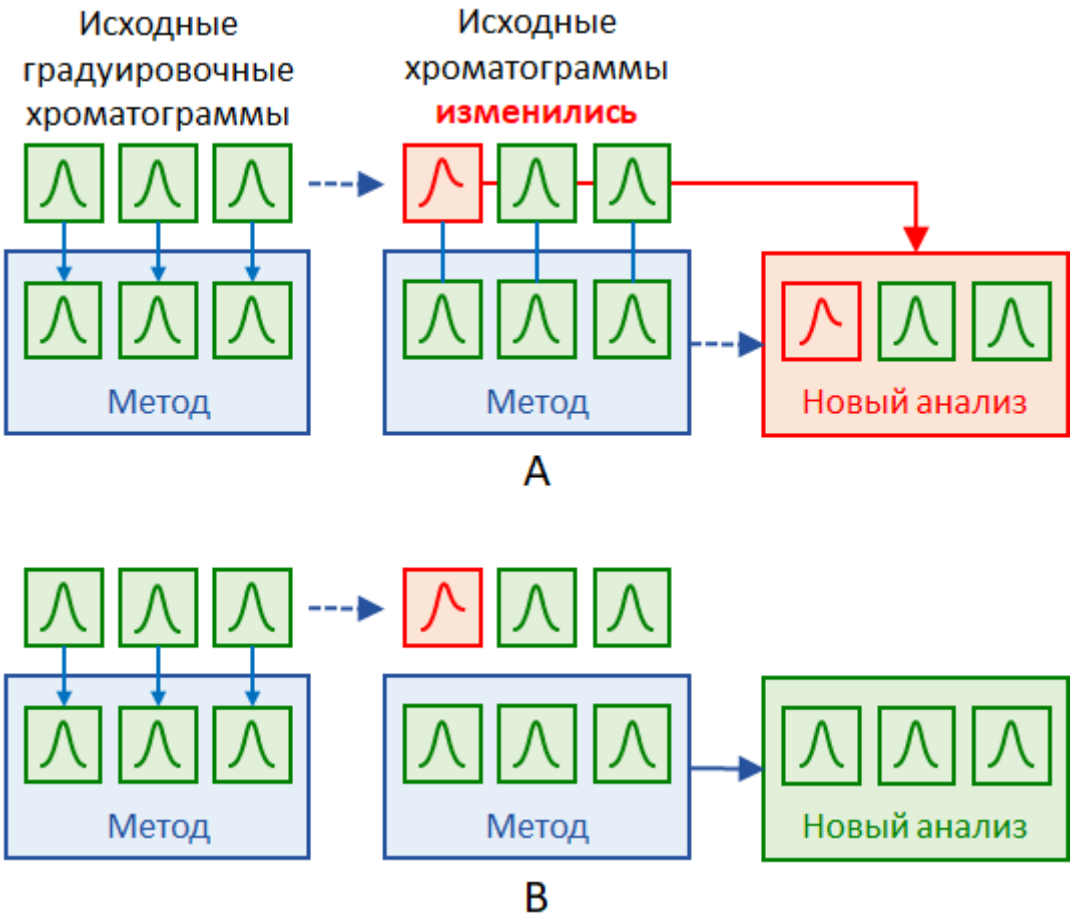
Перенести только концентрации компонентов. Если опция включена, то при обработке по образцу (предыдущей или методу) в текущую хроматограмму из образца будут скопированы только концентрации компонентов, но в остальном список компонентов не изменится.

Обнулять концентрации компонентов. В обработке по методу опция выключена, чтобы не переносить в текущий анализ концентрации из метода.

Запоминать разметку вручную отредактированных пиков. Если опция выключена, то результат ручной разметки пиков на текущей хроматограмме **не сохранится**, когда вы выполните обработку по предыдущей. Пики на текущей хроматограмме будут удалены.

Сохранить концентрацию стандарта. Опция доступна, если включена опция "Обнулять концентрации компонентов". Т.е. при обнулении концентраций у компонента-стандарта они будут сохранены.

Сохранить связь с градуировочными хроматограммами. Для **обработки по методу** данная опция по умолчанию выключена. Это значит, что при выполнении обработки по методу в текущую хроматограмму будут скопированы градуировочные хроматограммы из метода. Если пользователь изменит какие-либо настройки в градуировочной хроматограмме, то на методе это не отразится. Он останется неизменным.



A – связь с исходными хроматограммами сохраняется. **B** – связь с исходными хроматограммами **не сохраняется**.

Рисунок 4.16 – Особенности обработки по методу

4.3.5 Настройки проекта

Действие по окончании анализа:

- Нет (ничего не делать).
- Выполнить расчёт.
- Выполнить расчёт и создать отчёт. Данный вариант подходит для потоковых анализов.

Закрывать программу при превышении памяти. Если опция включена, вы можете указать объём памяти, который может занимать "Хроматэк Аналитик". При превышении этого объёма "Хроматэк Аналитик" будет закрыт после окончания текущего анализа. При старте следующего анализа "Хроматэк Аналитик" снова будет запущен "Панелью управления". Опция позволяет избежать потерь данных из-за внезапного исчерпания свободной оперативной памяти. Проблема была характерна для "Хроматэк Аналитик 3.0".

Периодически выполнять расчёт во время записи. Если опция включена, вы можете указать период выполнения расчёта (отсчитывается от момента старта) и количество выполнений. Опция используется для потоковых анализов, когда "Хроматэк Аналитик" связан с внешними информационными системами (например, по протоколу Modbus) и необходимо проинформировать такую систему о поступлении новых результатов анализа, не дожидаясь его окончания (например, когда интересующие пики уже вышли)

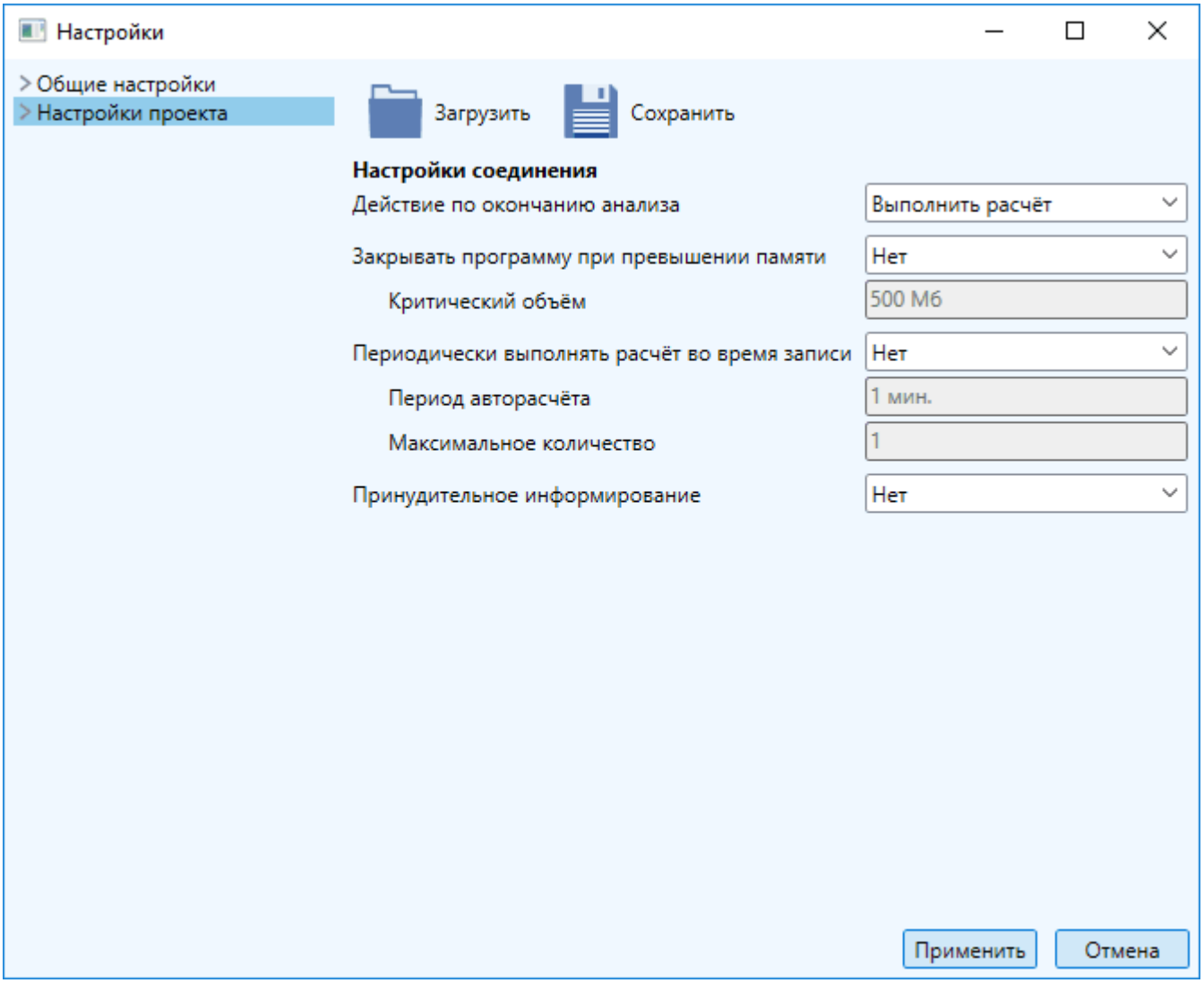


Рисунок 4.17 – Настройки проекта

Принудительное информирование. Если опция включена, то после выполнения расчёта происходит информирование программы "Монитор потоковых анализов" о поступлении новых данных.

4.3.6 Настройки МСД

Кэшировать МСД-данные. Опция включается для ускорения процесса чтения данных из файла *.MSDX, в котором сохраняются МС-данные. Если опцию выключить, то при каждом запуске поиска файл будет прочитан заново. Это целесообразно сделать, если файл очень большой, а оперативной памяти в компьютере мало (4Гб или меньше).

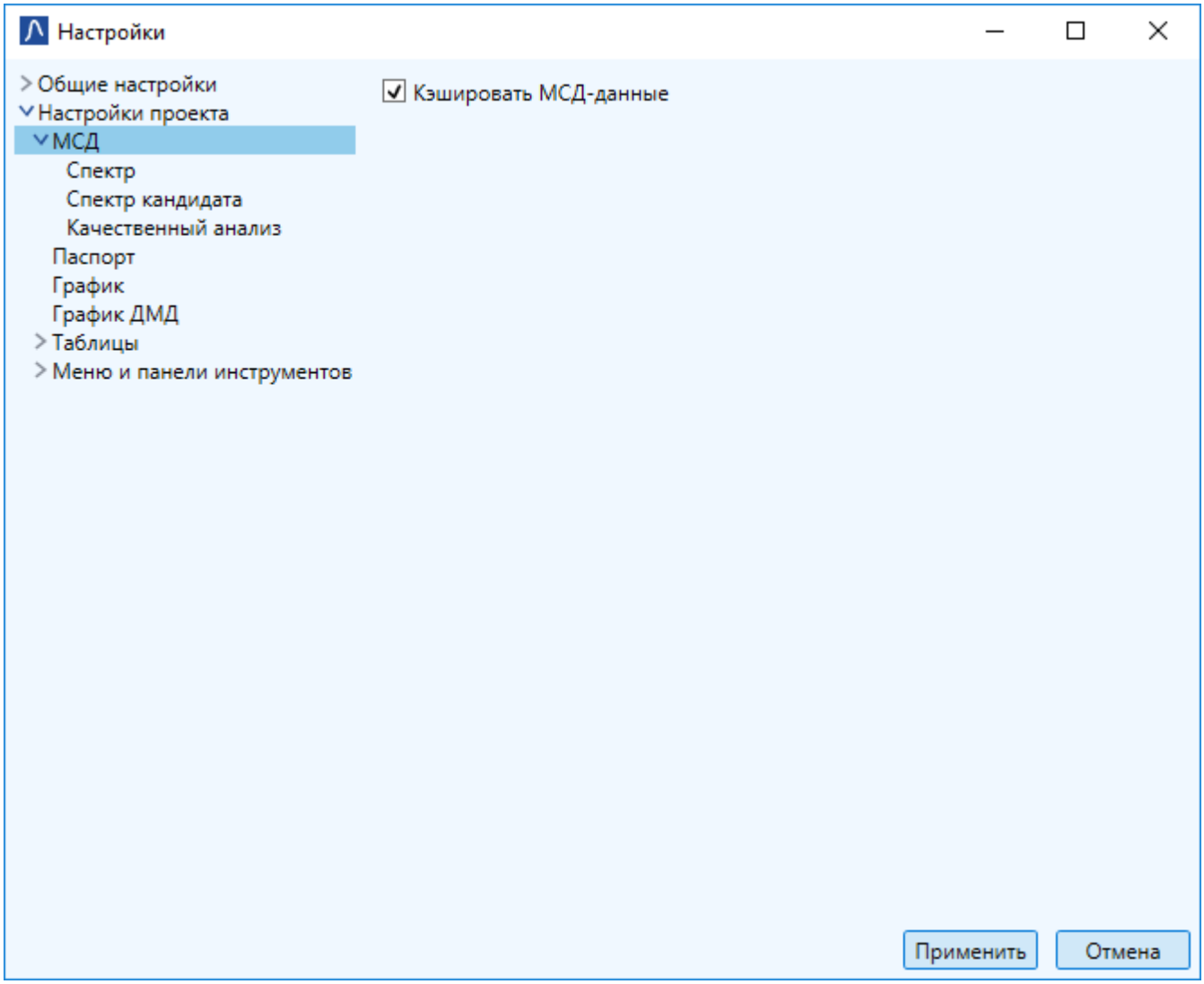


Рисунок 4.18 – Настройки МСД

4.3.6.1 Спектр

Цвет спектра (надписей, профилей). Задайте цвет соответствующего графика.

Ориентация. Горизонтальная или вертикальная ориентация надписей над центроидами.

Показывать данные профиля. По умолчанию отображаются центроиды, но если файл *.MSDX содержит данные профиля, можно отобразить профиль.

Надписи над спектром. Здесь выбирается условие, по которому отображаются надписи над спектром.

Количество знаков после запятой. Параметр округления.

Ось Y. Может быть представлена в единицах или процентах.

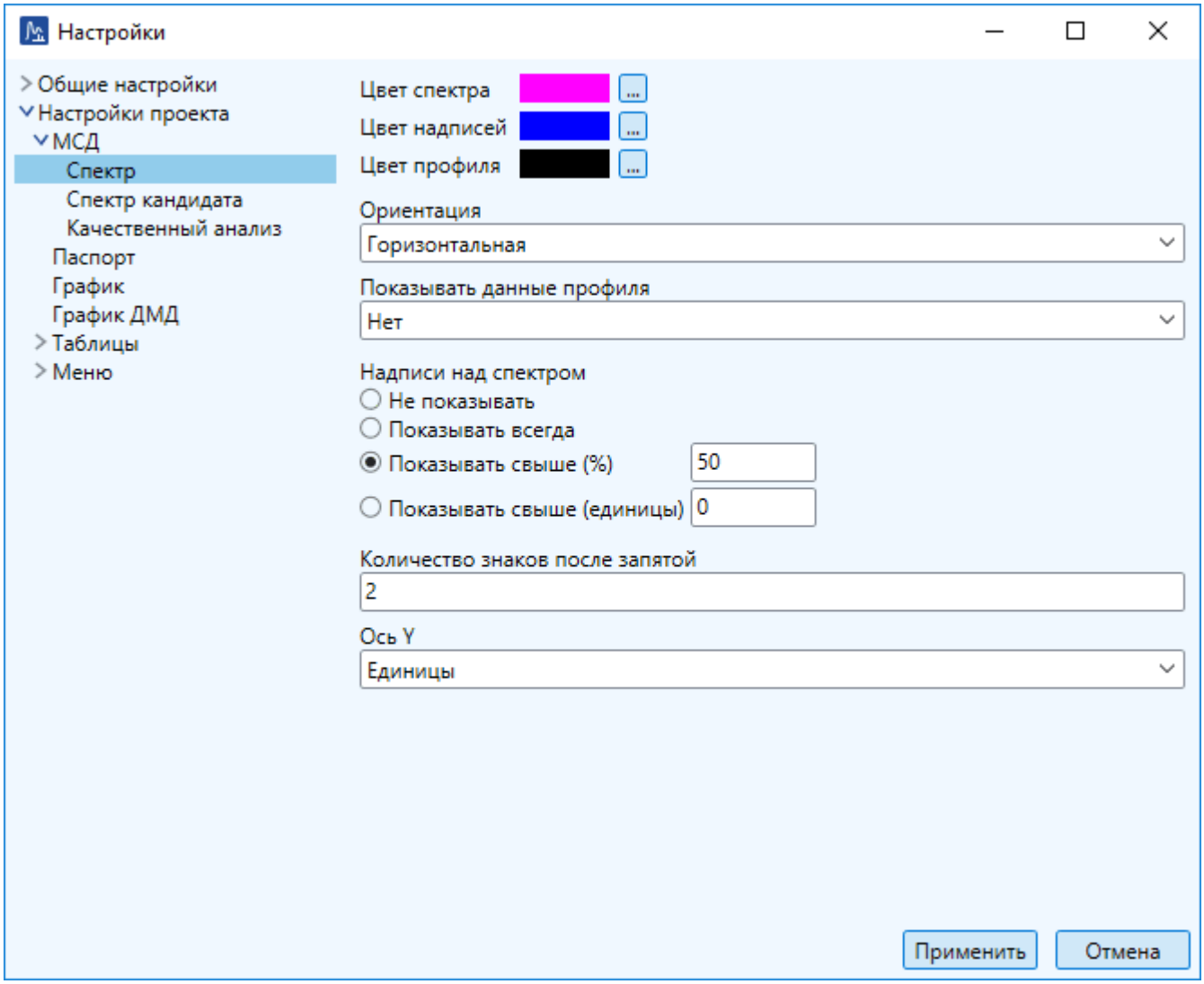


Рисунок 4.19 – Настройки спектра МСД

4.3.6.2 Спектр кандидата

Настройки здесь аналогичны настройкам спектра. Дополнительно можно задать цвет библиотечного спектра.

4.3.6.3 Качественный анализ / Интегрирование пиков

Интервал масс. Программа ищет пики только на хроматограмме указанной массы/диапазона масс. Используйте этот параметр, если ищете вещество, для которого известна масса какого-либо иона.

Интервал времени. Программа автоматически ищет пики как на хроматограммах по полному ионному току, так и по всем выбранным отдельным (индивидуальным) ионам. Если ищете вещество, для которого известны массы характерных ионов, введите необходимый диапазон масс или массу индивидуального иона.

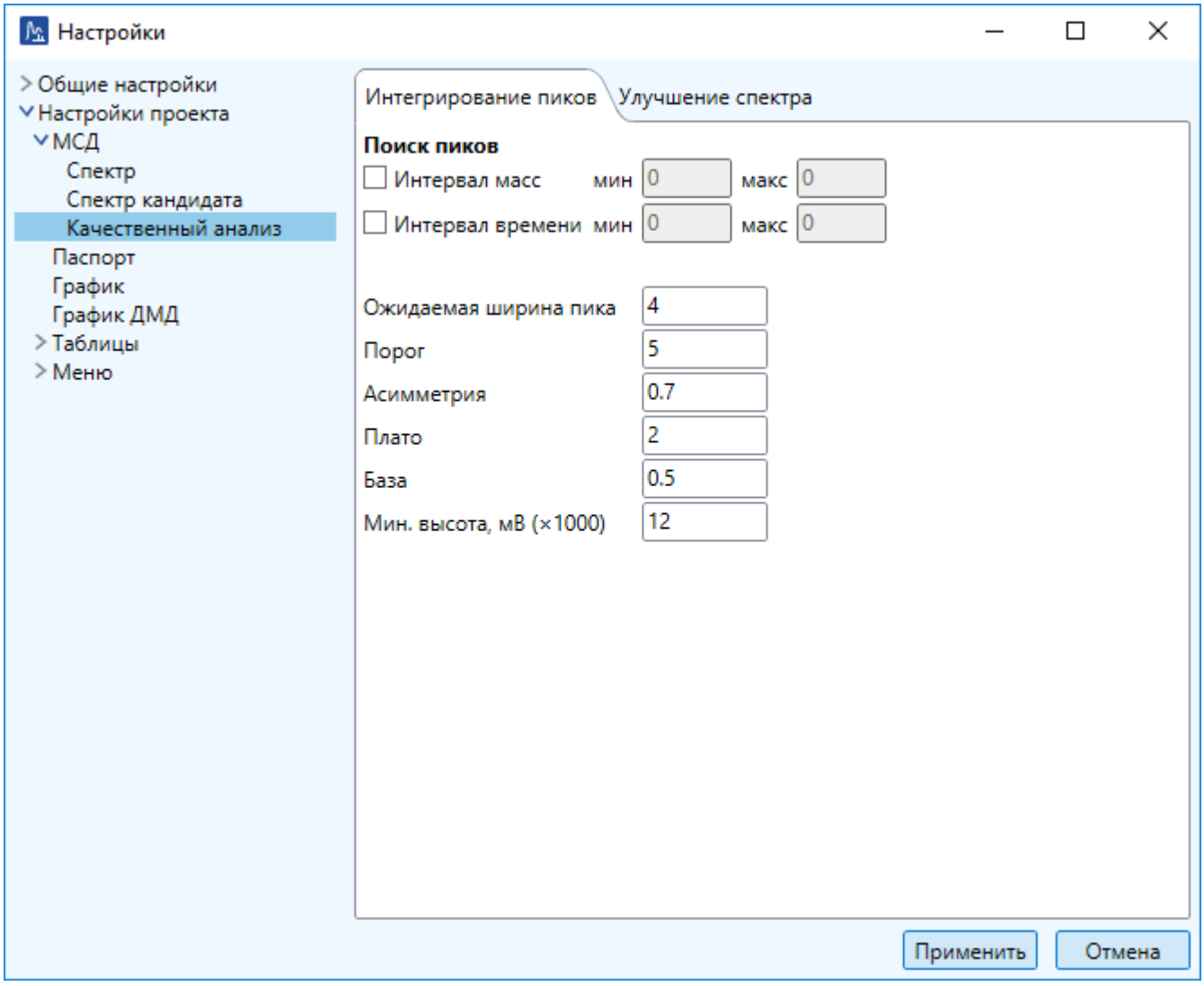


Рисунок 4.20 – Настройки качественного анализа / Интегрирование пиков

Назначение прочих параметров аналогично описанным в разделе 4.5.3.

4.3.6.4 Качественный анализ / Улучшение спектра

Использование улучшения спектра значительно повышает качество идентификации соединений по библиотекам спектров.

Если опция **Улучшение спектра** выключена, то за спектр пика принимается спектр в его вершине. Если данная опция выбрана, то пику будет соответствовать спектр, полученный с применением алгоритмов очистки спектра или вычитания фона.

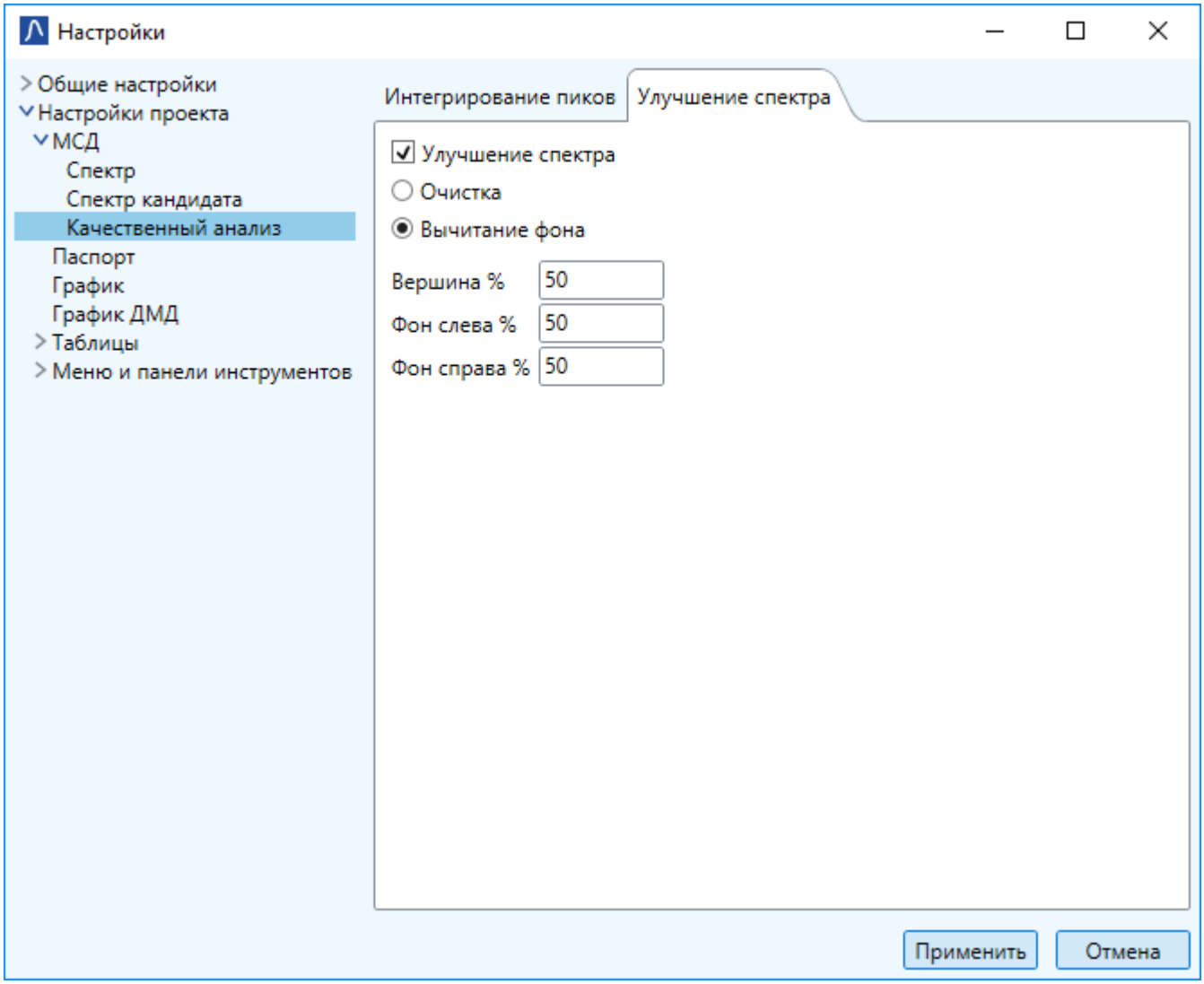


Рисунок 4.21 – Настройки качественного анализа / Улучшение спектра

Очистка. Анализируются хроматограммы всех масс на наличие пиков. В результирующий спектр включаются только те массы, хроматограммы которых имеют вершины с одинаковым временем удерживания. Данный алгоритм дает хорошие результаты для пиков высокой интенсивности.

Вычитание фона. Усреднение спектров точек вершины пика с последующим вычитанием усредненного спектра фона. Данный алгоритм дает хорошие результаты как для пиков высокой, так и для пиков низкой интенсивности.

Вершина. Задает отрезок вершины пика (1...100% от ширины пика), усреднением точек которого определяется спектр вещества.

Фон слева. Задает отрезок слева от основания пика (0...200% от ширины пика), усреднением точек которого определятся спектр фона. Чтобы не вычитать фон слева, задайте значение этого параметра равным нулю. Спектры фона слева и справа от пика усредняются и вычитаются из спектра вершины.

Фон справа. Задает отрезок справа от основания пика (0...200% от ширины пика), усреднением точек которого определятся спектр фона. Чтобы не вычитать фон справа, задайте значение этого параметра равным нулю. Спектры фона слева и справа от пика усредняются и вычитаются из спектра вершины.

4.3.7 Паспорт

В данном разделе вы можете включить/выключить отображение параметров паспорта.

Порядок параметров можно изменить, переместив их с помощью мыши.

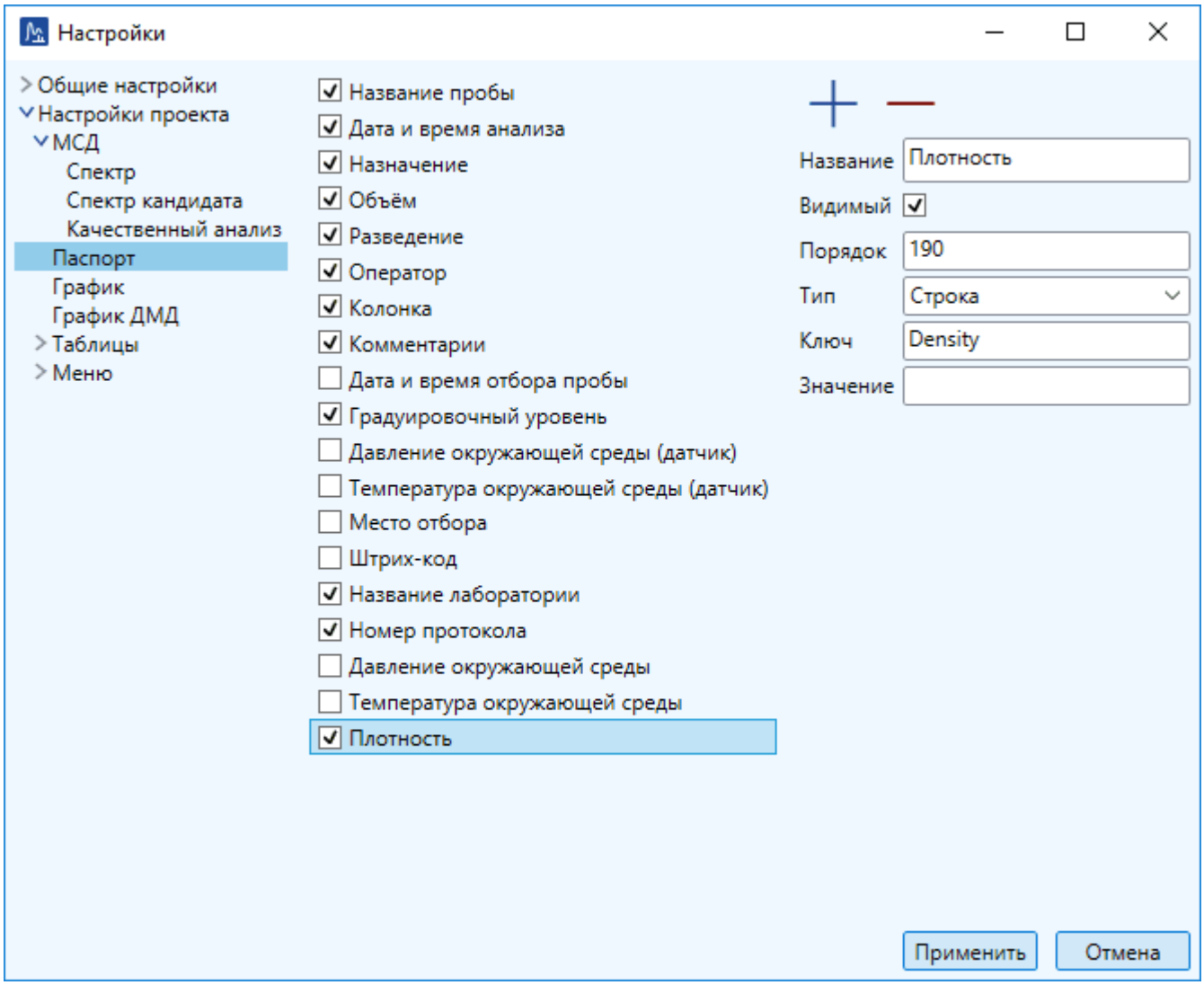


Рисунок 4.22 – Параметры паспорта

Вы можете добавить в паспорт свои параметры. Для этого нажмите соответствующую кнопку и в появившемся меню выберите – **Добавить поле паспорта**.

Появятся дополнительные настройки:

Название параметра.

Видимый. Включает/выключает отображение параметра в паспорте.

Порядок. Можно задать числом, но удобнее перемещать параметр в списке с помощью мыши.

Тип параметра. Строка, число или дата.

Ключ. Обозначение, по которому к параметру можно будет обратиться в пользовательских формулах. Задайте в качестве ключа название вашего параметра на английском языке или просто запишите его транслитом латиницей. Пробелы недопустимы.

Значение параметра. Можно задать здесь, но обычно значения задаются в паспорте.

С помощью этой кнопки вы так же можете добавить в паспорт параметры **Строка 0 … Строка 9**, **Число 0 … Число 9** (в этих полях некоторые плагины выводят некие специфические данные) и результаты расчета по формулам пользователя.

4.3.8 График

Задайте надписи над пиками.

Укажите ориентацию надписей – вертикальную или горизонтальную.

При работе с МСД можете включить показ результатов поиска по библиотеке.

Если необходимо, включите отображение статусной строки, в которой показываются текущие координаты курсора на графике и текущий размах окна хроматограммы.

Для кого-то удобным будет добавление отступов от осей (чтобы график не касался их).

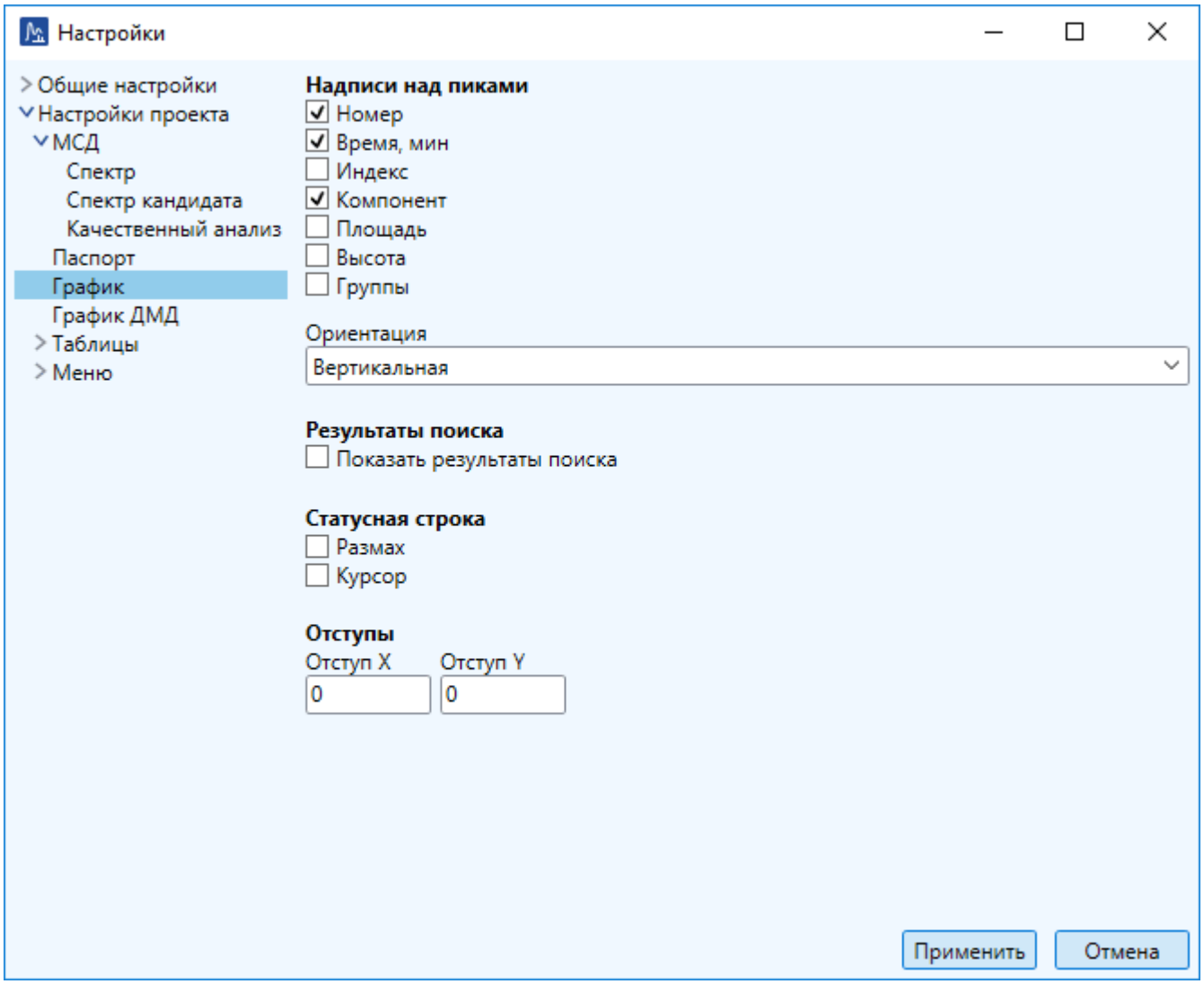


Рисунок 4.23 – Параметры графика хроматограммы

Все эти параметры вы можете задать через контекстное меню графика, которое открывается правой кнопкой мыши.

4.3.9 График ДМД

ДМД – диодно-матричный детектор. Здесь вы можете задать для него цвета маркеров.

4.3.10 Таблицы

Для каждой из таблиц "Хроматэк Аналитик" вы можете настроить набор столбцов – включить/выключить их видимость.

Для выбранного столбца можно указать тип итоговой информации.

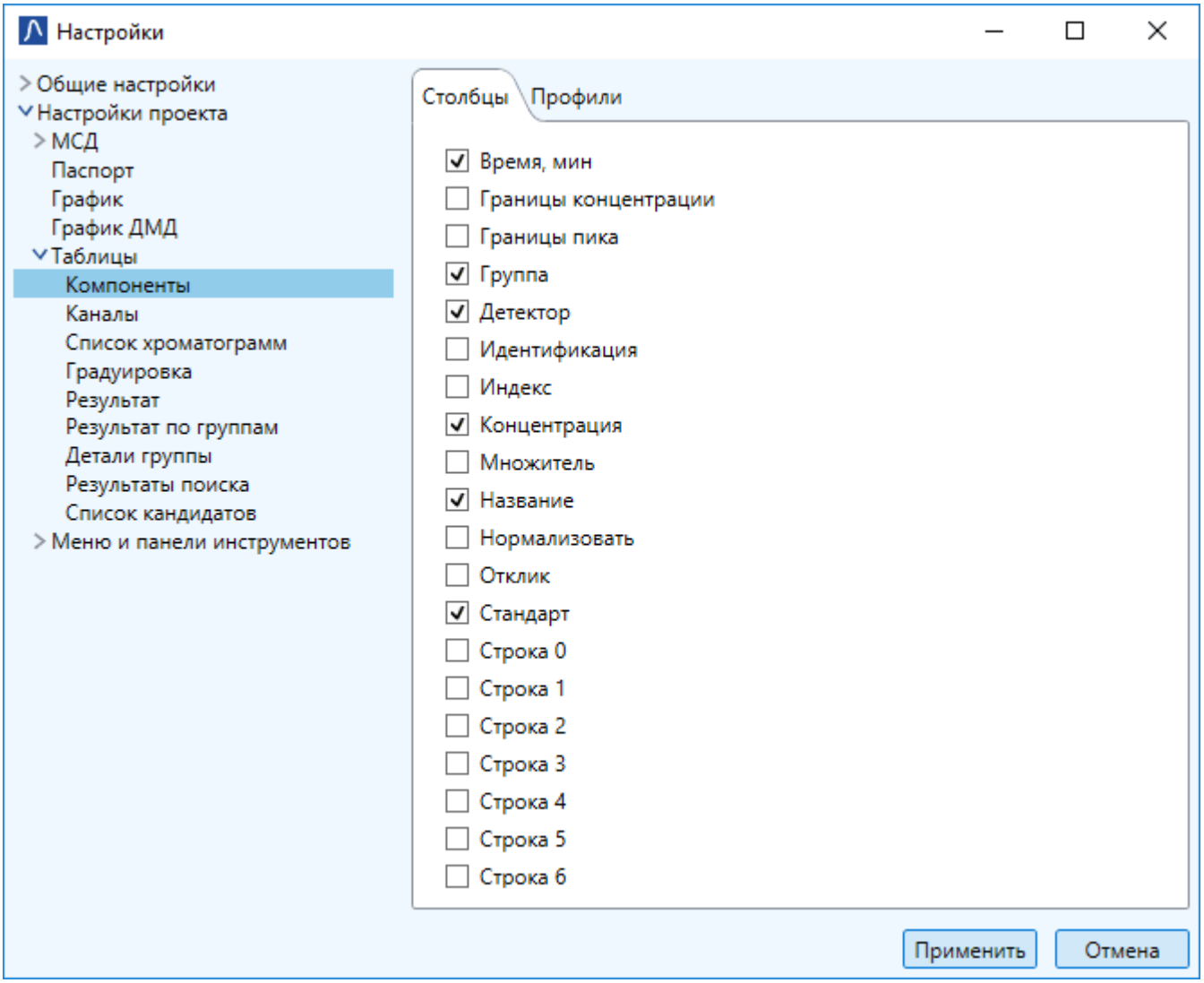


Рисунок 4.24 – Параметры таблиц

Больше настроек таблиц доступно в контекстном меню каждой таблицы, которое открывается **правой кнопкой мыши**.

4.3.10.1 Показать скрытый столбец

- Перейдите на закладку **Компоненты** или **Результат**.
- Щёлкните правой кнопкой мыши по таблице.
- Выберите пункт **Показать скрытые столбцы**.
- Выберите интересующий столбец.

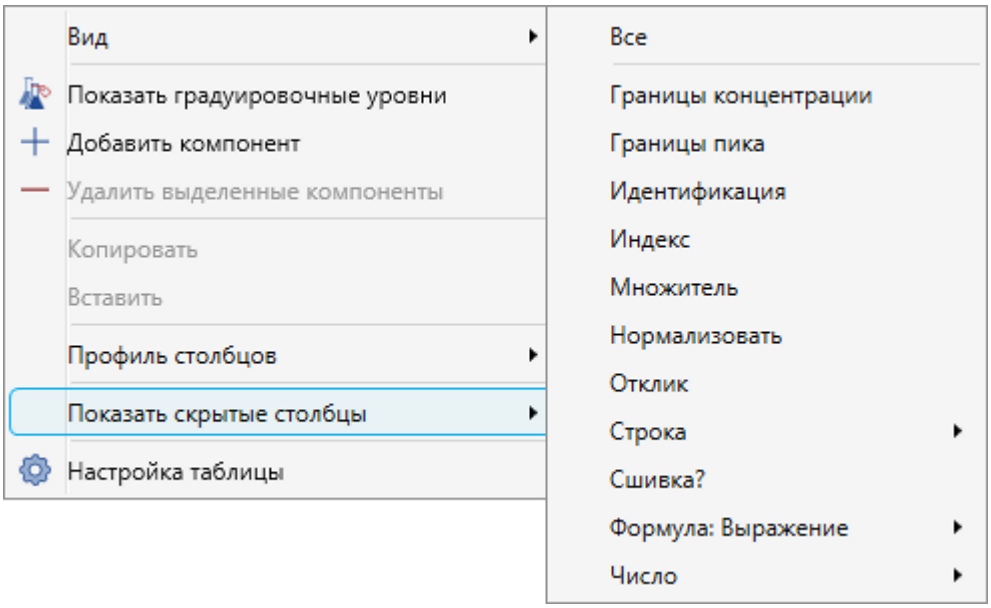


Рисунок 4.25 – Показать скрытые столбцы

4.3.10.2 Изменить формат числа, задать итоги

- Перейдите на закладку **Компоненты** или **Результат**.
- Щёлкните правой кнопкой мыши по нужному столбцу.
- Выберите пункт Столбец: <Название выбранного столбца>.
- Выберите нужный формат.
- Укажите количество знаков после запятой.
- Если необходимо, выберите итоговую информацию для данного столбца (например, сумму концентраций или площадей пиков).

Доступные форматы:

- **Экспоненциальный**. Показывает число в формате X.XXXe-XX.
- **Без округления**. Показывает число, как есть, с максимальной точностью.
- **Знаки после запятой**. Округляет число до фиксированного количества знаков после запятой.
- **Значащие знаки**. Округляет число до заданного количества знаков без учёта нулей.
- **По погрешности**. Сначала погрешность округляется до двух значащих знаков и определяется степень последнего знака округленной погрешности. После этого округляется результат до знака, соответствующего полученной степени.

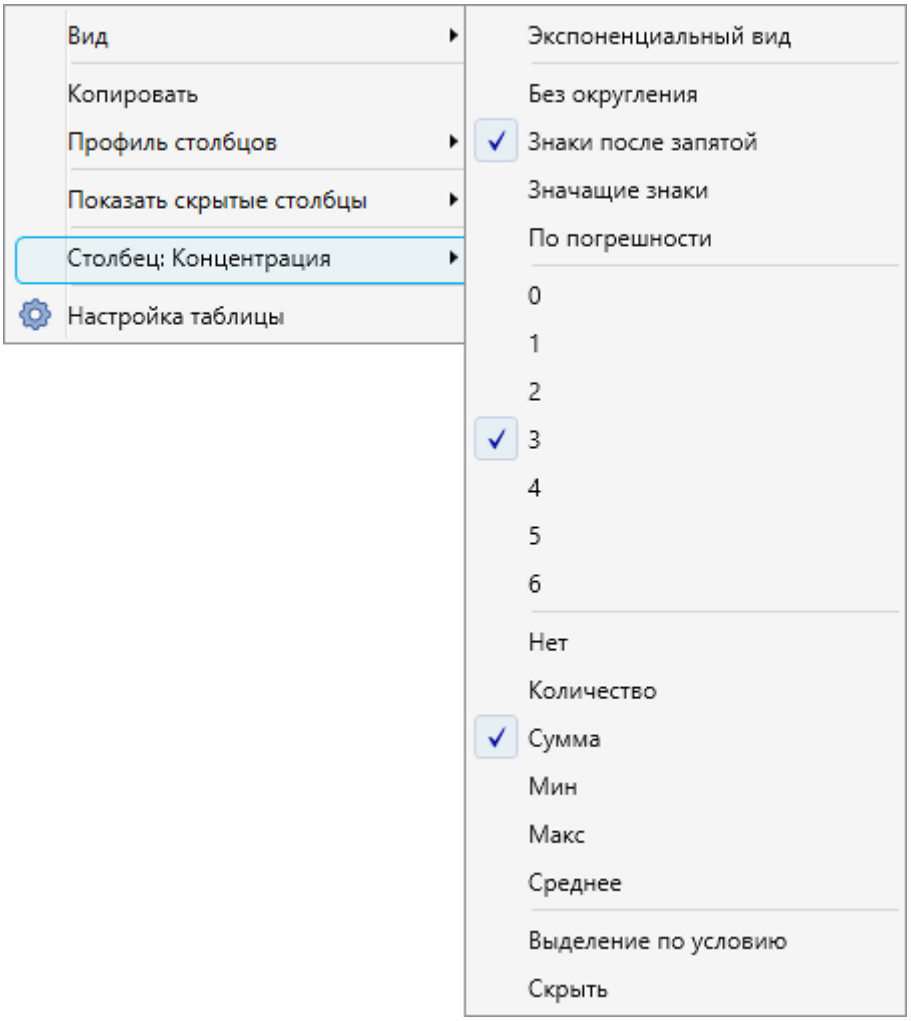


Рисунок 4.26 – Изменить формат числа, задать итоги

Примеры округления:

Количество знаков после запятой:
0,0123 → 0,012;
0,0456 → 0,046.

Количество значащих знаков:
0,0012345 → 0,00123;
0,04567 → 0,0457;
0,7891 → 0,789;
1,2345 → 1,23.

Округление по погрешности:

10,186974 ± 0,004955 → 10,1870 ± 0,0050

0,004955 округляется до 0.0050, степень последнего знака равна "-4", следовательно, 10,186974 округляется до 10,1870.

Данные из книги "Метрология. Теоретические прикладные и законодательные основы" В.А. Кузнецова и Г.В. Ялунина. Москва, Изд-во стандартов, 1998.

4.3.10.3 Выделение по условию

Вы можете настроить выделение строк цветом при выполнении некоего условия.

Например, требуется выделить все пики, у которых площадь больше 1000 мВ*с.

- Перейдите на закладку **Результат**.
- Щёлкните правой кнопкой мыши по столбцу **Площадь**.
- Выберите пункт Столбец: <Название выбранного столбца>.
- Выберите пункт **Выделение по условию**. Откроется окно настройки условия.

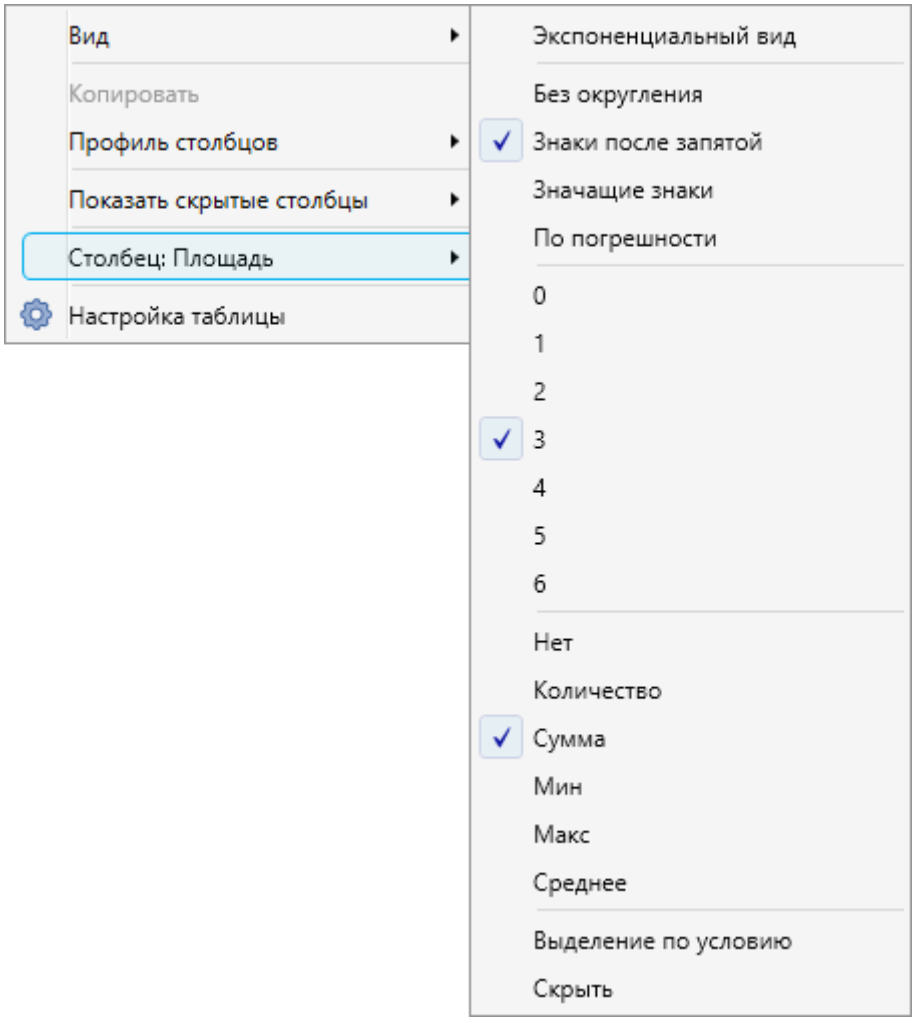


Рисунок 4.27 – Выделение по условию

- Нажмите на кнопку **Добавить условие**.
- Выберите цвет выделения.
- Выберите оператор сравнения (в данном примере "**> = больше или равно**").
- Задайте значение, с которым следует сравнивать контролируемый параметр (в данном примере площадь).
- Нажмите **Применить**.

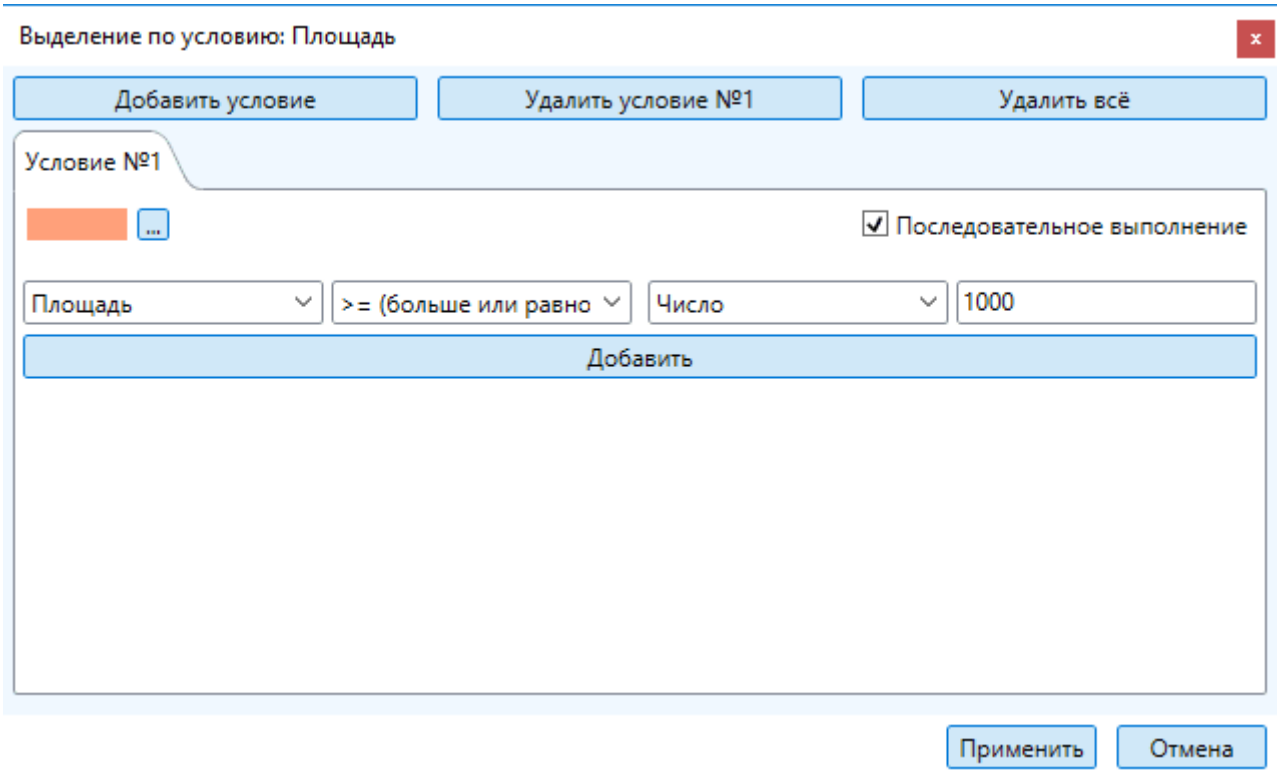


Рисунок 4.28 – Настройка условия

Название	Группа	Время, мин	Детектор	Концентрация	Ед. измерения	Площадь	Высота
циклопентен	Олефины	12.725	ПИД-1	0.006	%	2.571	0.908
3-метилпентен-1	Олефины	13.016	ПИД-1	0.002	%	0.778	0.277
циклопентан	Нафтены	13.413	ПИД-1	0.459	%	196.918	72.642
2,3-диметилбутан	Изопарафины	13.483	ПИД-1	4.988	%	2139.390	655.593
2-метилпентан	Изопарафины	13.745	ПИД-1	2.581	%	1106.883	371.302
3-метилпентан	Изопарафины	14.653	ПИД-1	1.756	%	753.256	235.278
2-метилпентен-1	Олефины	14.975	ПИД-1	0.005	%	2.253	0.777
гексен-1	Олефины	15.050	ПИД-1	0.002	%	0.977	0.356
n-гексан	Парафины	15.917	ПИД-1	7.953	%	3410.962	956.045
t-гексен-2	Олефины	16.277	ПИД-1	0.007	%	2.892	0.909

Рисунок 4.29 – Результат выделения по условию

Вы можете создавать сложные условия с логическими операторами **И**, **ИЛИ**, **Исключающее ИЛИ**.

4.3.10.4 Скрыть ненужный столбец

- Перейдите на закладку **Компоненты** или **Результат**.
- Щёлкните правой кнопкой мыши по нужному столбцу.
- Выберите пункт Столбец: <Название выбранного столбца>.
- Выберите пункт **Скрыть**.

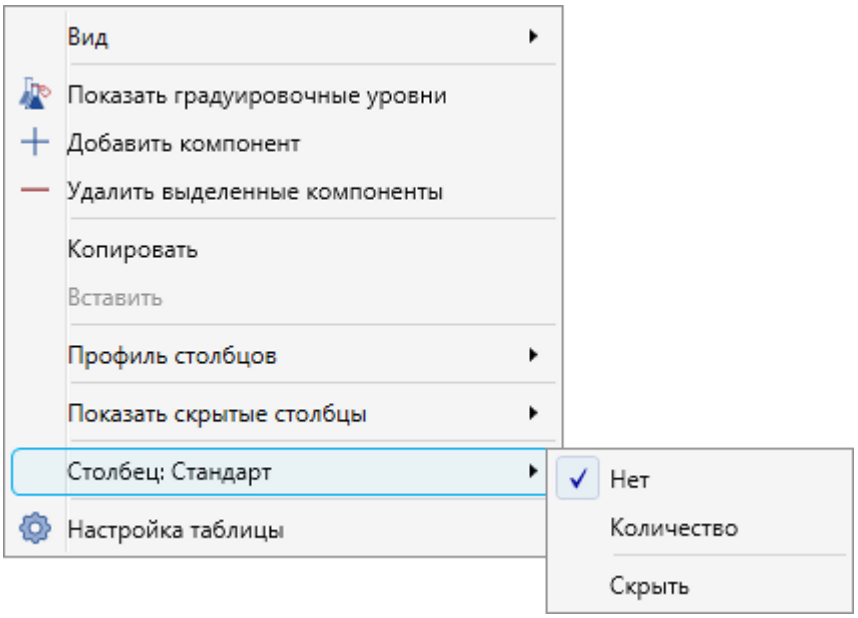


Рисунок 4.30 – Скрыть ненужный столбец

4.3.10.5 Скрыть компоненты без названия

- Перейдите на закладку **Компоненты** или **Результат**.
- Щёлкните правой кнопкой мыши по нужному столбцу.
- Выберите пункт **Вид**.
- Выберите пункт **Скрыть**.

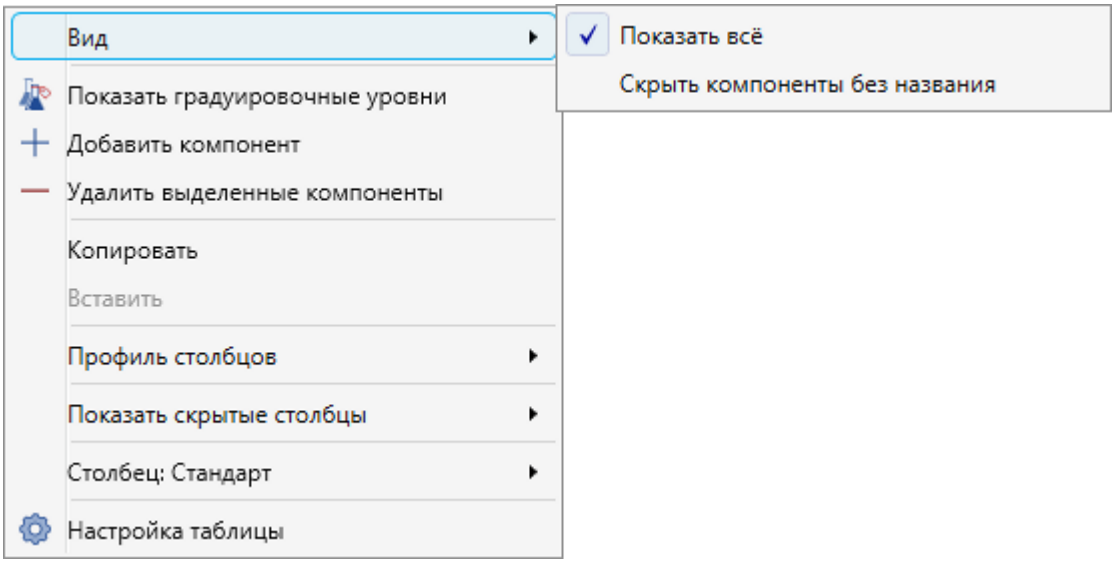


Рисунок 4.31 – Скрыть компоненты без названия

4.3.11 Меню

Настройте панели инструментов программы – добавьте нужные кнопки или удалите неиспользуемые.

Настроить панели инструментов можно с помощью контекстного меню, которое открывается правой кнопкой мыши.

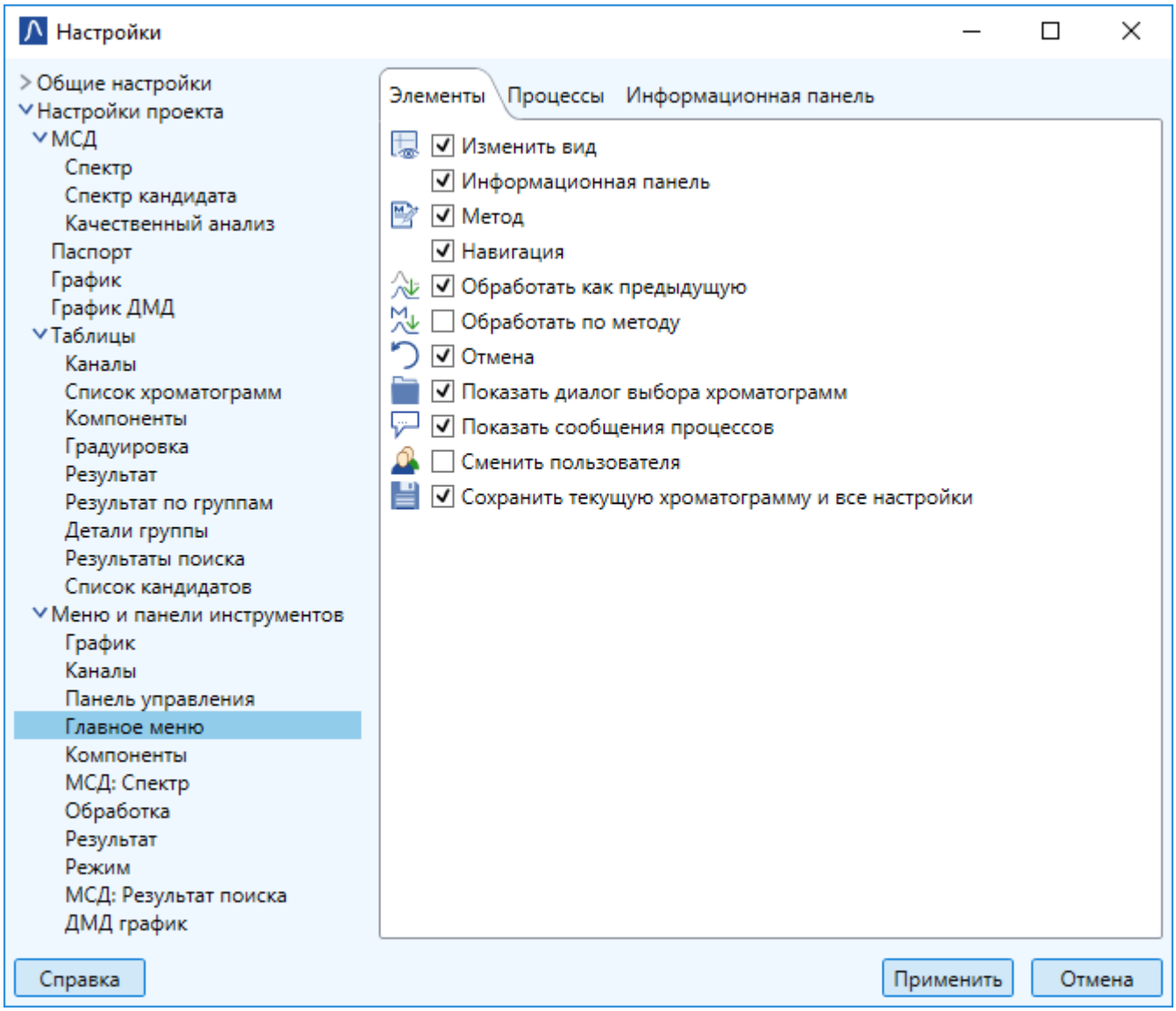


Рисунок 4.32 – Настройка меню и панелей инструментов

На закладке **Информационная панель** вы можете указать, какие параметры паспорта хроматограммы следует показывать на панели инструментов.

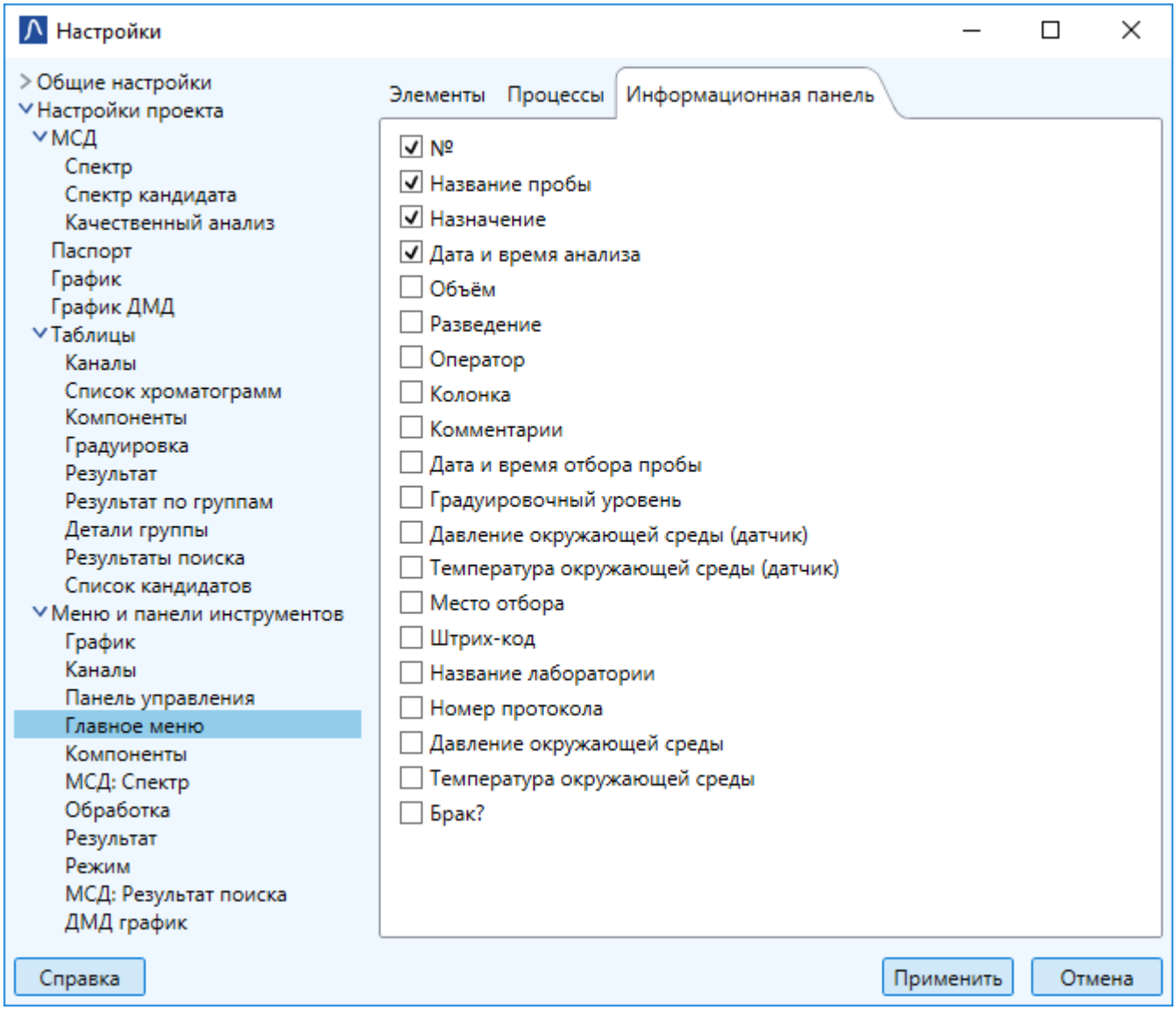


Рисунок 4.33 – Настройка информационной панели

4.3.12 Настройка панелей инструментов

Все панели кнопок (панели инструментов) в "Хроматэк Аналитик 3.1" можно настроить с помощь контекстного меню.

Для его вызова щелкните правой кнопкой мыши по любой из кнопок программы.

Выберите команду, кнопку которой хотите добавить на панель инструментов.

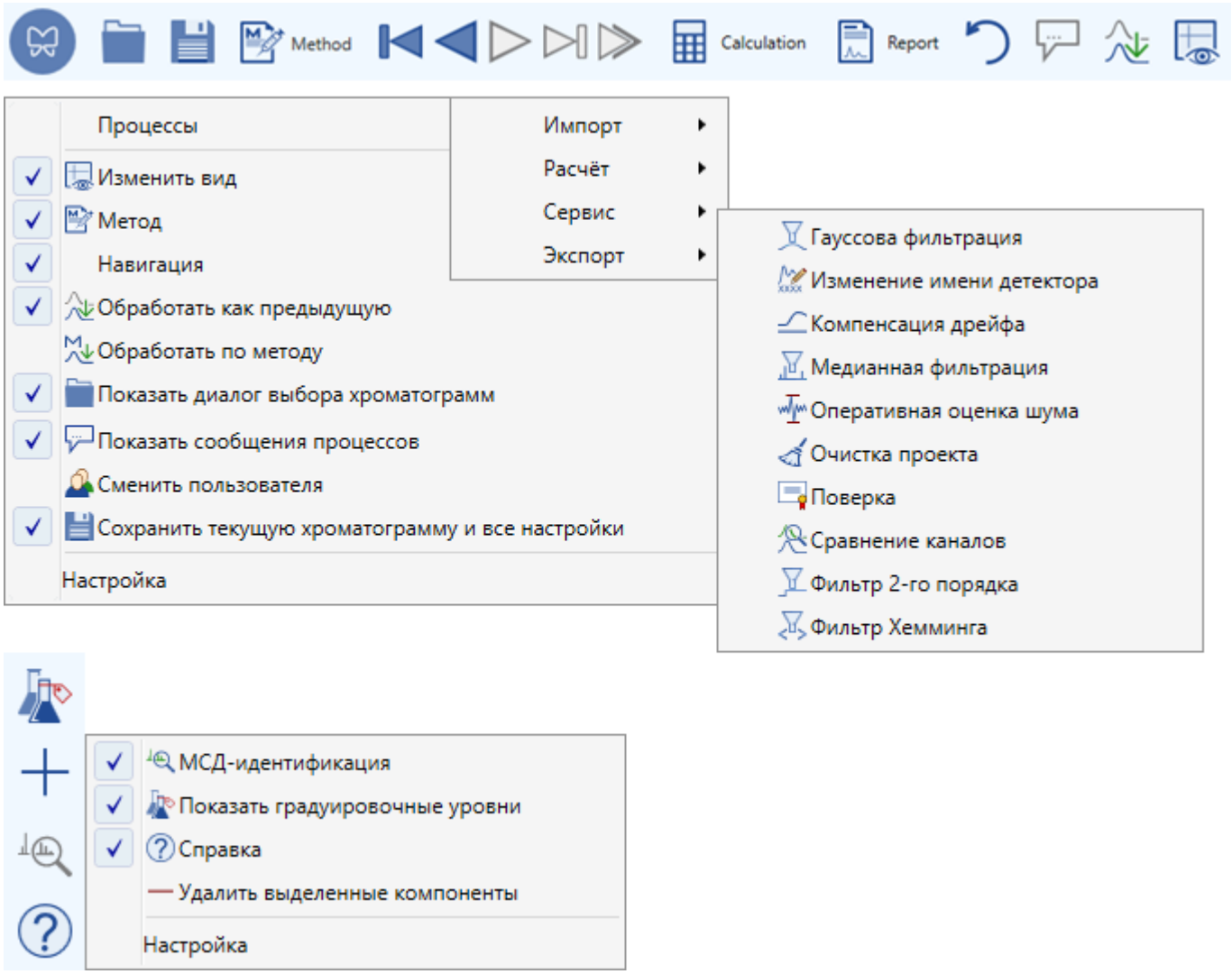


Рисунок 4.34 – Настройка панелей инструментов

4.3.13 Настройка быстрого переключения закладок

Закладки на левой боковой панели можно переключать с помощью "горячих клавиш", которые пользователь может задать сам.

Чтобы задать "горячую клавишу" нажмите **CTRL** и далее клавишу от 0 до 9. После этого вы сможете переходить на эту закладку, просто нажав на данную цифровую клавишу.

Например, выберем закладку **Компоненты** и нажмём **CTRL+1**. Потом выберем закладку **Результат** и нажмём **CTRL+2**.

Теперь, чтобы открыть закладку **Компоненты** достаточно нажать 1, а чтобы отрыть **Результат** достаточно нажать 2.

4.4 Работа с графиками

В "Хроматэк Аналитик 3.1" пользователю доступны следующие графики:

- Хроматограммы.
- Спектры масс-спектрометрического детектора.
- Спектры диодно-матричного детектора.
- Градуировочные графики.

Для работы с этими графиками применяются общие приёмы.

4.4.1 Надписи на графике

Чтобы отобразить интересующие надписи над пиками нажмите на боковой панели соответствующую кнопку или с помощью правой кнопки мыши откройте контекстное меню графика:

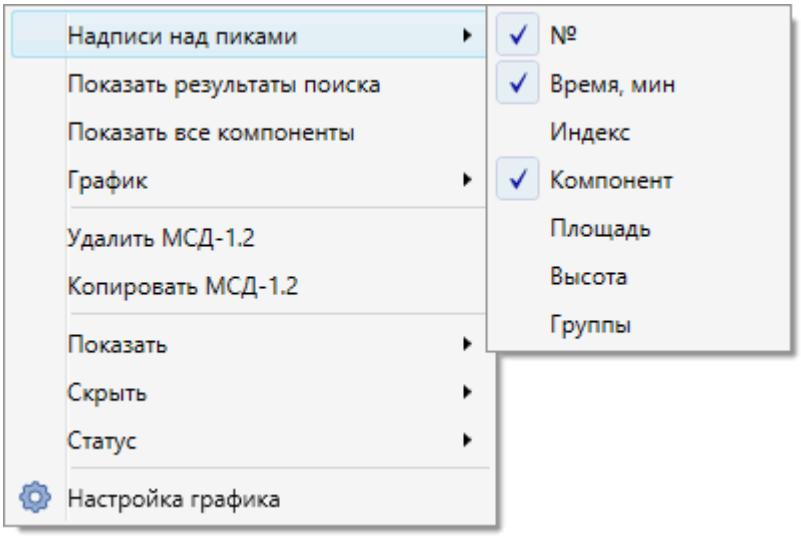


Рисунок 4.35 – Меню надписей над пиками

Включите отображение интересующих надписей.

При работе с МС-данными результаты поиска по библиотеке масс-спектров отображаются на графике в виде треугольных маркеров, расположенных в верхней части хроматограммы.

По умолчанию треугольники не подписаны. Чтобы показать надписи, щелкните правой кнопкой мыши в любом месте графика и выберите в меню пункт **Показать результаты поиска**.

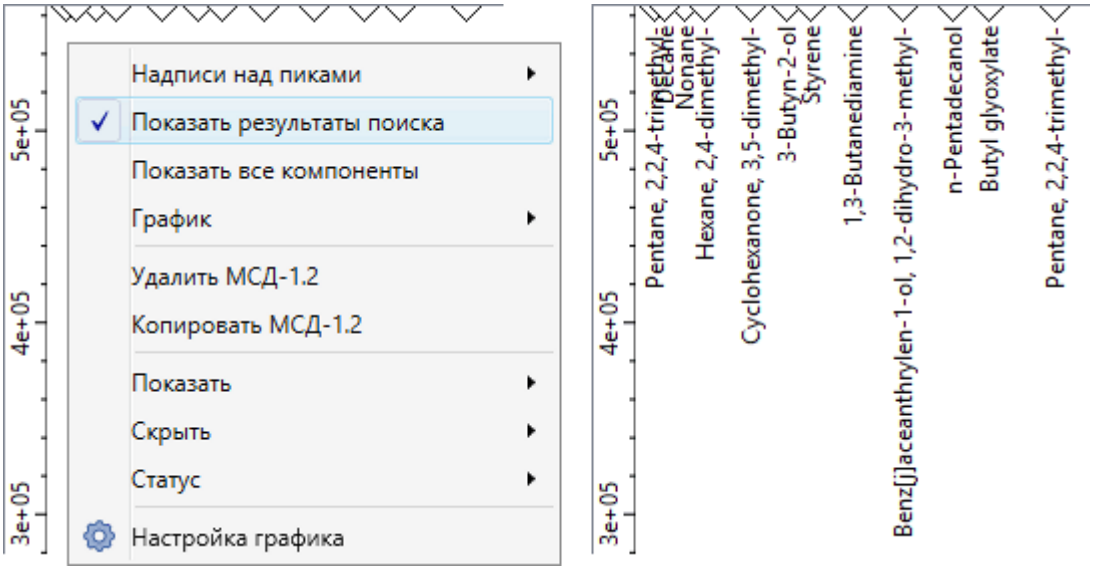


Рисунок 4.36 – Показать результаты поиска для МС-данных.

Если вы хотите изменить ориентацию надписей (вертикальная или горизонтальная), выберите в контекстном меню команду **Настройка графика**. На соответствующей странице настроек выберите **Ориентацию**.

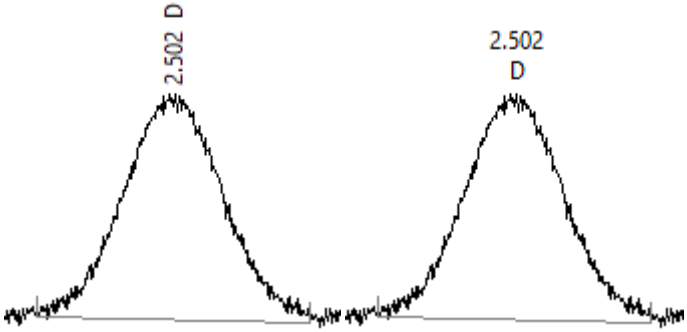


Рисунок 4.37 – Ориентация надписей над пиками.

4.4.2 Масштабирование графиков

По умолчанию автоматически устанавливается масштаб, при котором виден весь график.

- Для того чтобы увеличить некоторый участок графика, нажмите левую кнопку мыши в одном из углов интересующей области и, не отпуская, переместите указатель мыши в противоположный угол.
- После того, как вы отпустите кнопку мыши, выделенный участок увеличится до размеров окна.

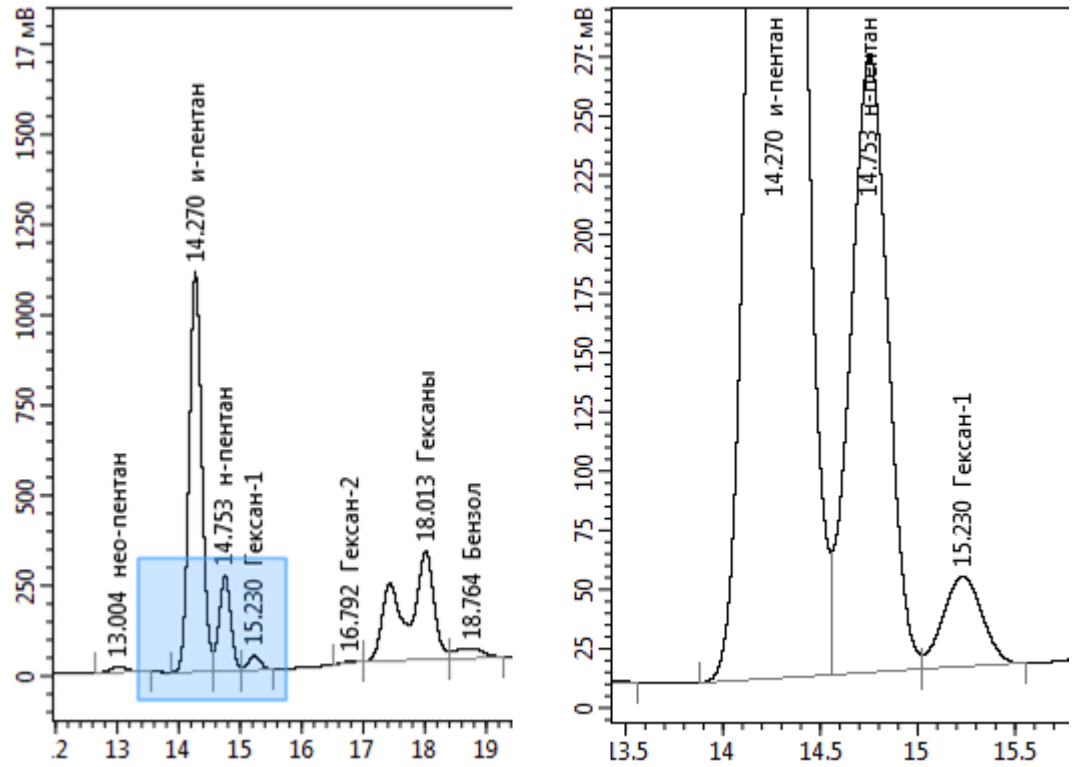
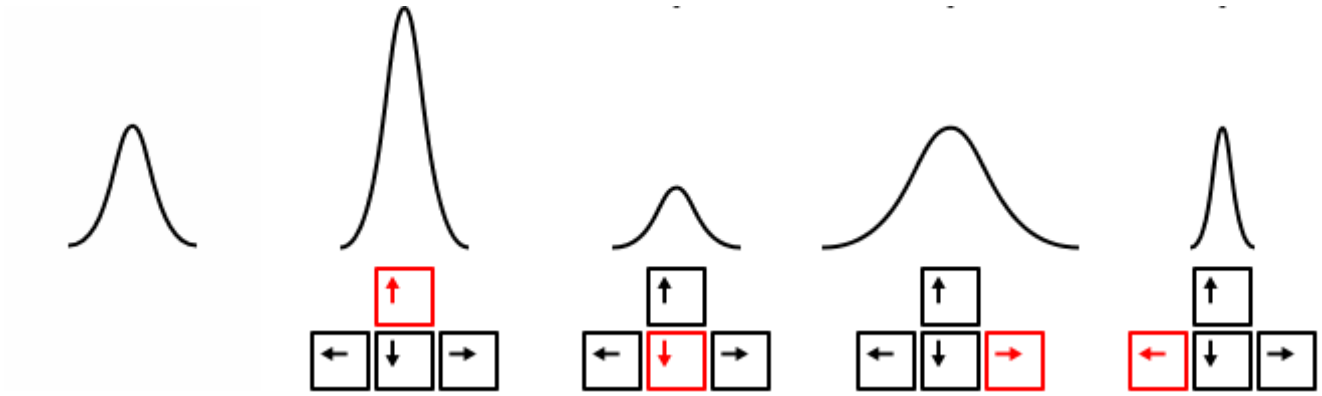


Рисунок 4.38 – Выделение рамкой области хроматограммы

Масштабирование графиков с помощью мыши удобно сочетать с использованием курсорных кнопок клавиатуры.



Исходное состояние | Растянуть в два раза по вертикали | Сжать в два раза по вертикали | Растянуть в два раза по горизонтали | Сжать в два раза по горизонтали

Для того чтобы вернуться к отображению на экране всего графика выполните на нём двойной щелчок мыши (курсор должен находиться вне границ пика).

Если дважды щелкнуть мышью по вертикальной оси, то участок хроматограммы, видимый в данный момент на экране, будет масштабирован по вертикали до размера окна.

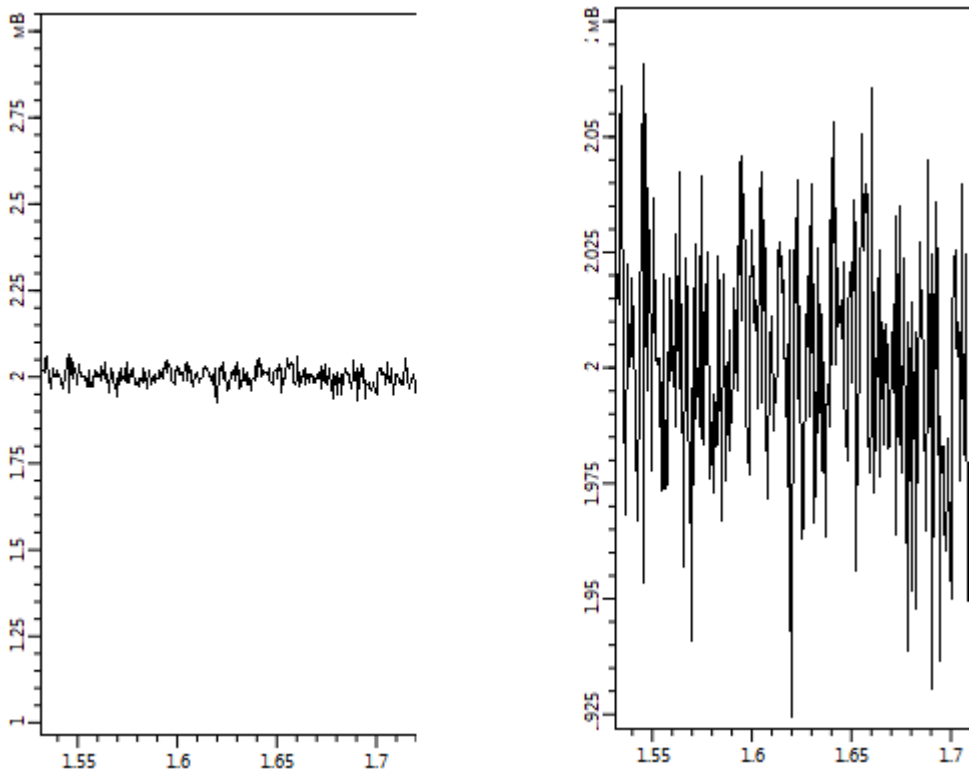


Рисунок 4.39 – Масштабирование выделенной области только по вертикали

В некоторых случаях удобнее показывать не весь график, а какую-то его часть (например, в анализах микропримесей в растворителях). Вы можете задать фиксированный масштаб графика. Для этого:

- Выделите мышью интересующую часть хроматограммы.
- Щёлкните правой кнопкой мыши на хроматограмме и в контекстном меню выберите команду **Настроить каналы**.
- В появившемся окне нажмите **Применить**.

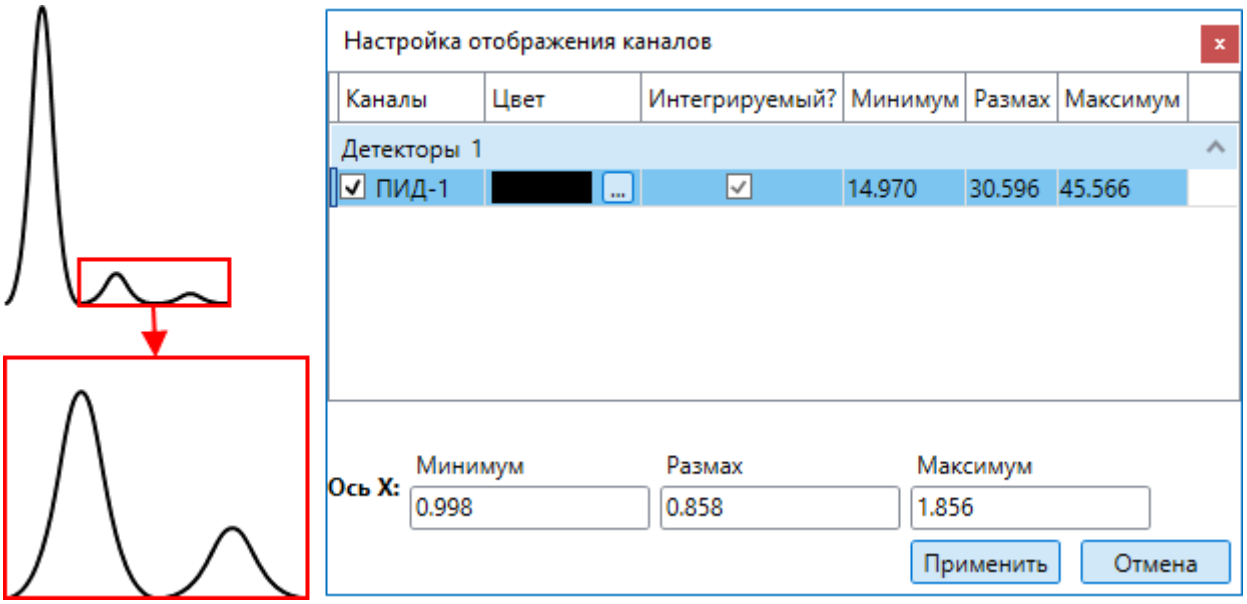


Рисунок 4.40 – Задание фиксированного масштаба

Теперь, чтобы быстро показать заданную область хроматограммы выполните двойной клик, удерживая **SHIFT**.


С помощью этой кнопки вы можете показать на графике только один пик (выбранный в таблице "Компоненты").


С помощью этой кнопки вы можете привести все каналы к одному масштабу.

4.4.3 Использование маркера

Маркер – вертикальная линия на хроматограмме, перемещаемая мышью или полупрозрачная область с перемещаемыми границами. Маркер используется для:

- Задания времени выполнения событий интегрирования и редактирования области действия данного события.
- Отображения границ окна поиска пика и их редактирования.


Чтобы показать/скрыть маркер, нажмите на кнопку **Маркер** на боковой панели.

При перемещении курсора кнопками ↑ и ↓ в таблице **Компоненты**, маркер в виде полупрозрачной области показывает границы окна поиска пика.

- При несовпадении реального времени удерживания с ожидаемым, последнее можно скорректировать, переместив окно за вертикальную линию в центре. При этом необходимо удерживать нажатой клавишу **SHIFT**.
- Границы окна можно перемещать с помощью мыши без нажатия дополнительных клавиш.

Аналогично редактируются области действия событий интегрирования.

Если в таблице **Компоненты** щелкнуть по ячейке **Индекс** или **Окно инд.**, и далее перемещать курсор кнопками ↑ и ↓, то маркер будет показывать время, соответствующее текущему индексу и ширину окна индекса.

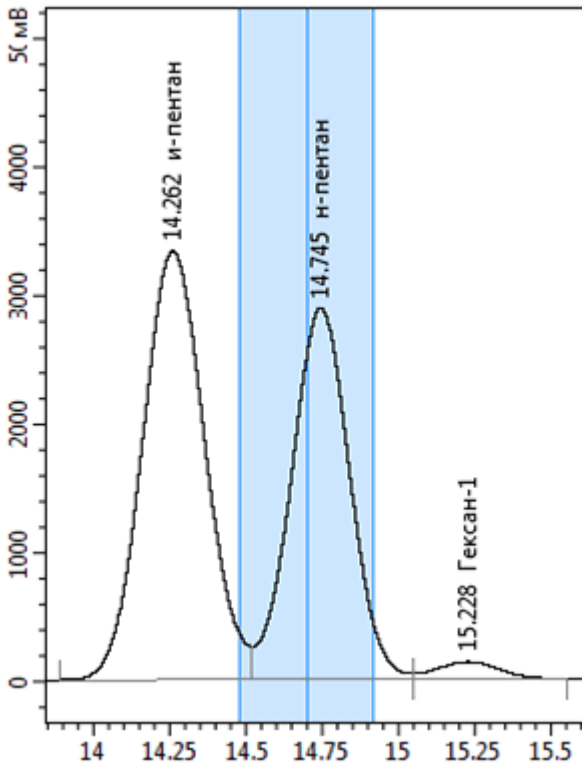


Рисунок 4.41 – Управление окном пика

4.4.4 Ручная корректировка разметки пика

С помощью настройки параметров операции **Интегрирование** не всегда удается добиться автоматической корректной разметки пиков на хроматограмме. Для устранения этой проблемы прямо на графике хроматограммы можно визуально откорректировать положение характерных точек пика.

В примере на рисунке ниже один из пиков размечен неправильно. Для корректировки разметки его необходимо выделить.

- Для выделения пика щелкнем левой кнопкой мыши в любом месте внутри его границ.
- Подведем курсор мыши к маркеру границы пика, который хотим переместить. Курсор-стрелка изменит вид – это означает, что маркер доступен для перемещения.
- Удерживая левую клавишу мыши, переместим маркер границы.

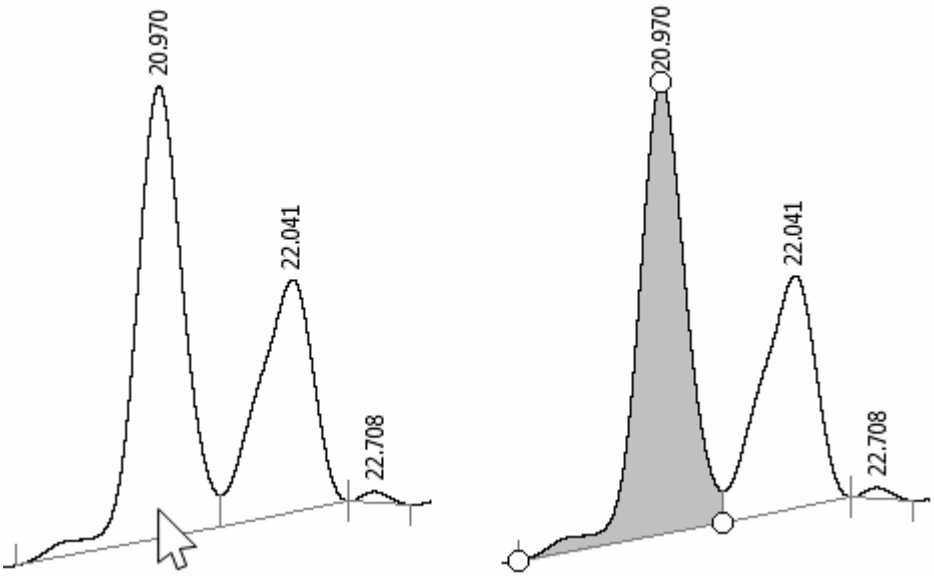


Рисунок 4.42 – Выделение пика

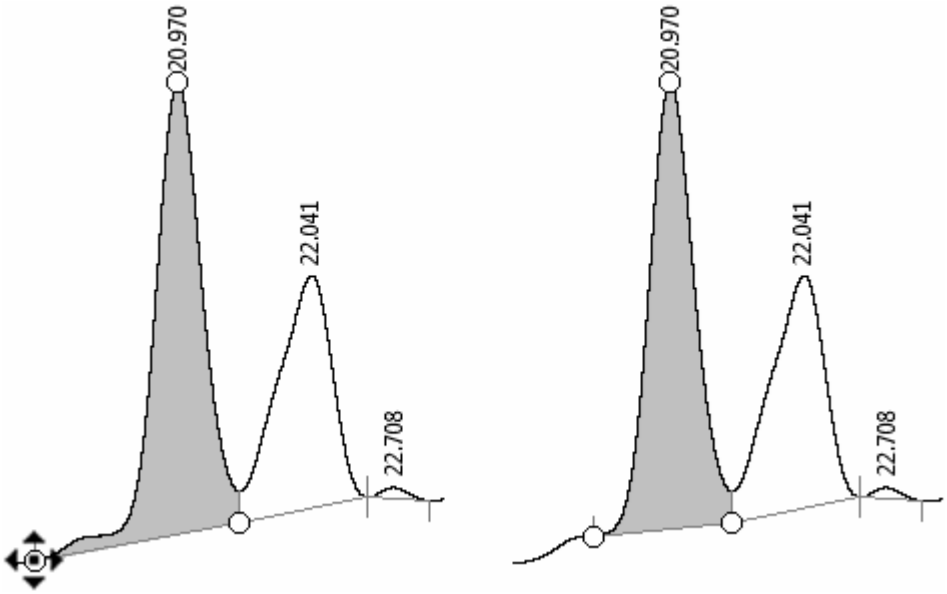


Рисунок 4.43 – Корректировка границ пика

При перемещении границ слившихся пиков базовая линия может превратиться в ломанную:

- Выделим данный пик и переместим его границу.
- Базовая линия превратилась в ломаную.
- Чтобы выпрямить базовую после корректировки используем команду **Спрямить пик**.

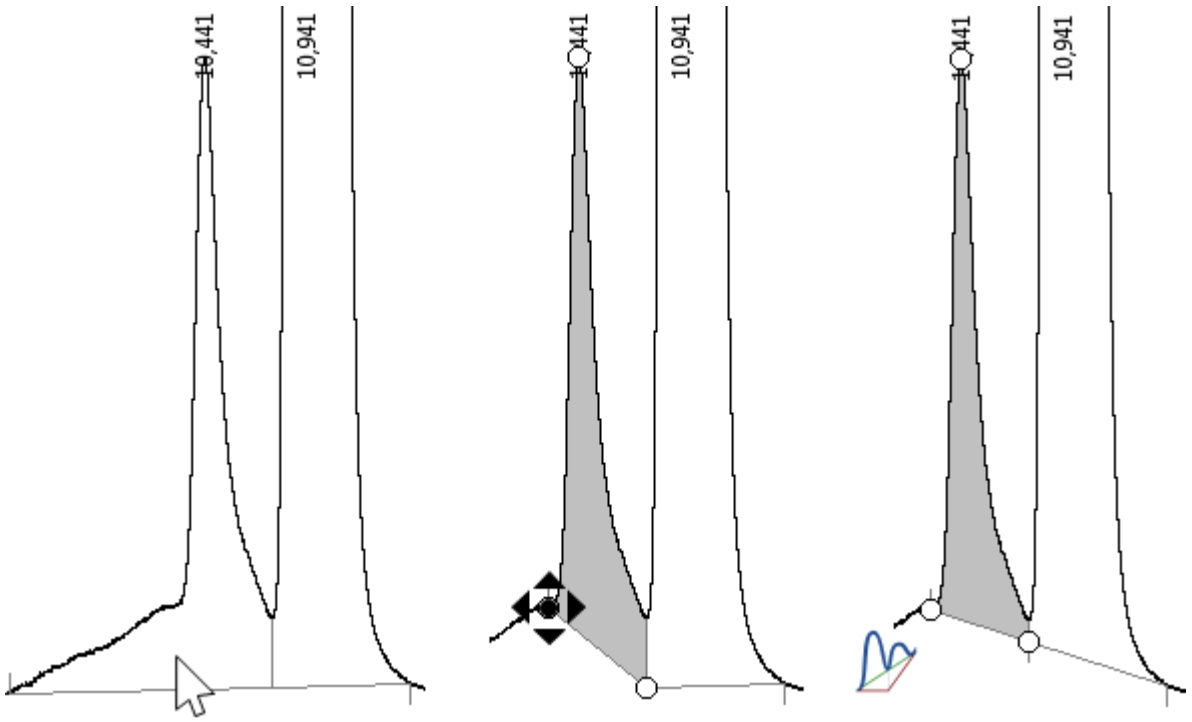


Рисунок 4.44 – Корректировка границ пика

Чтобы разорвать базовую линию слившихся пиков переместите их общую границу, удерживая клавишу **CTRL**.

В случае, если два пика расположены так близко друг к другу, что между ними отсутствует ложбина, программа не сможет автоматически разметить их, как два.

Если вам всё же необходимо разделить их:

Включите маркер и переместите его в точку, где хотите разбить пик.

Нажмите на боковой панели кнопку **Разбить пик**.

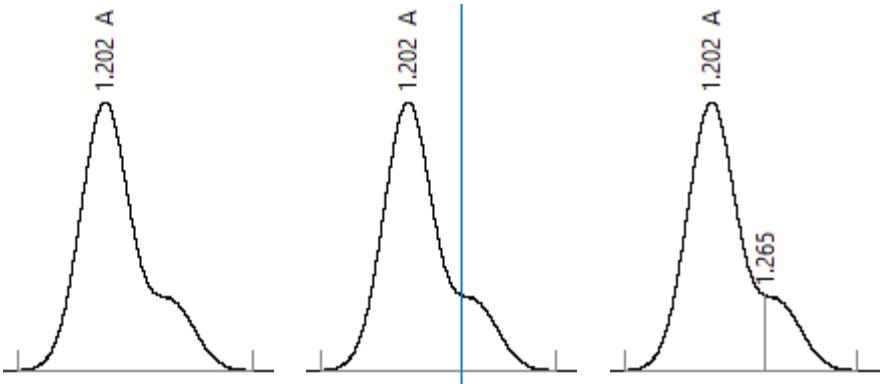


Рисунок 4.45 – Разделение слившихся пиков

Пик можно нарисовать на хроматограмме вручную

- Подведите курсор к точке начала пика.
- Нажмите клавишу **CTRL** и, удерживая её и левую кнопку мыши, проведите курсор до точки окончания пика.
- Отпустите клавишу и кнопку мыши, пик добавлен.

После проведения ручной корректировки пиков для канала устанавливается признак **Редактировался**. После этого операция Поиск пиков больше не пытается выполнять разметку, а только вычисляет площадь уже существующих пиков.

Снова разрешить автоматическую разметку можно двумя способами:

- Удалить все пики на хроматограмме (см. следующий раздел).
- Убрать признак **Редактировался** на закладке **Каналы**.

Каналы	Ед. измерения	Цвет	Частота	Редактировался?	Сдвиг	Шум, В	Шум, А	Дрейф, В/ч	Дрейф, А/ч
Детекторы 3									
☑ ДТП-1	мВ	...	10.000	☑	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
☑ ДТП-2	мВ	...	10.000	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
☑ ДТП-3	мВ	...	10.000	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Рисунок 4.46 – Признак "Редактировался?" на закладке "Каналы"

4.4.5 Удаление пиков

Под "удалением пиков" в "Хроматэк Аналитик" понимается процедура **удаления разметки**, а не физическое стирание исходных данных хроматограммы, составляющих пик.

Чтобы удалить разметку конкретного пика, выделите его щелчком мыши внутри границ и нажмите кнопку **DELETE** на клавиатуре компьютера.

Вы так же можете удалить все пики на хроматограмме или группу пиков. Для этого нажмите на кнопку **Удалить пики** на боковой панели хроматограммы и в появившемся меню выберите интересующую команду:

- Все на хроматограмме.
- Неидентифицированные.
- Нескорректированные вручную.

При удалении всех пиков на хроматограмме с канала снимается признак Редактировался и становится доступна автоматическая разметка пиков.

4.4.6 Выделение групп пиков

В хроматограммах, содержащих десятки и сотни пиков (например, в анализе бензина), "Хроматэк Аналитик" позволяет выделять цветом группы, указанные в таблице компонентов.

Предварительно включите в настройках таблиц отображение столбца **Группы** (он появится в таблице **Компоненты**). Заполните соответствующую ячейку у компонентов, которые нужно объединить в группы.

На боковой панели инструментов нажмите кнопку **Надписи над пиками**.

- Включите показ групп.
- Над хроматограммой появятся кнопки, с помощью которых можно включить подсветку нужной группы. Можно одновременно показывать сразу несколько групп.
- Вы можете выбрать цвет каждой группы.
- Чтобы убрать выделение групп нажмите **Очистить** или выключите надпись **Группы** (см. п.1).

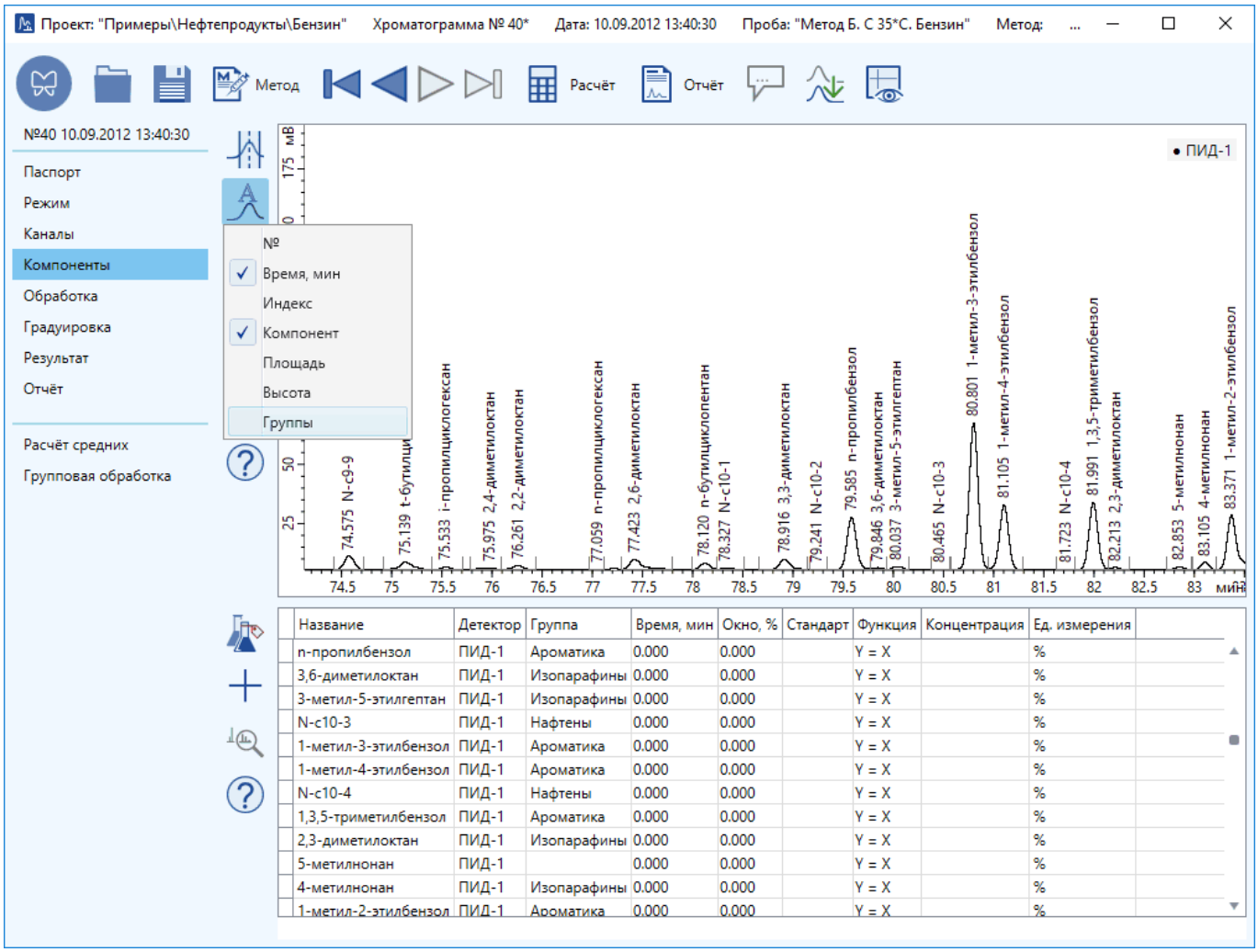


Рисунок 4.47 – Включение выделения групп пиков

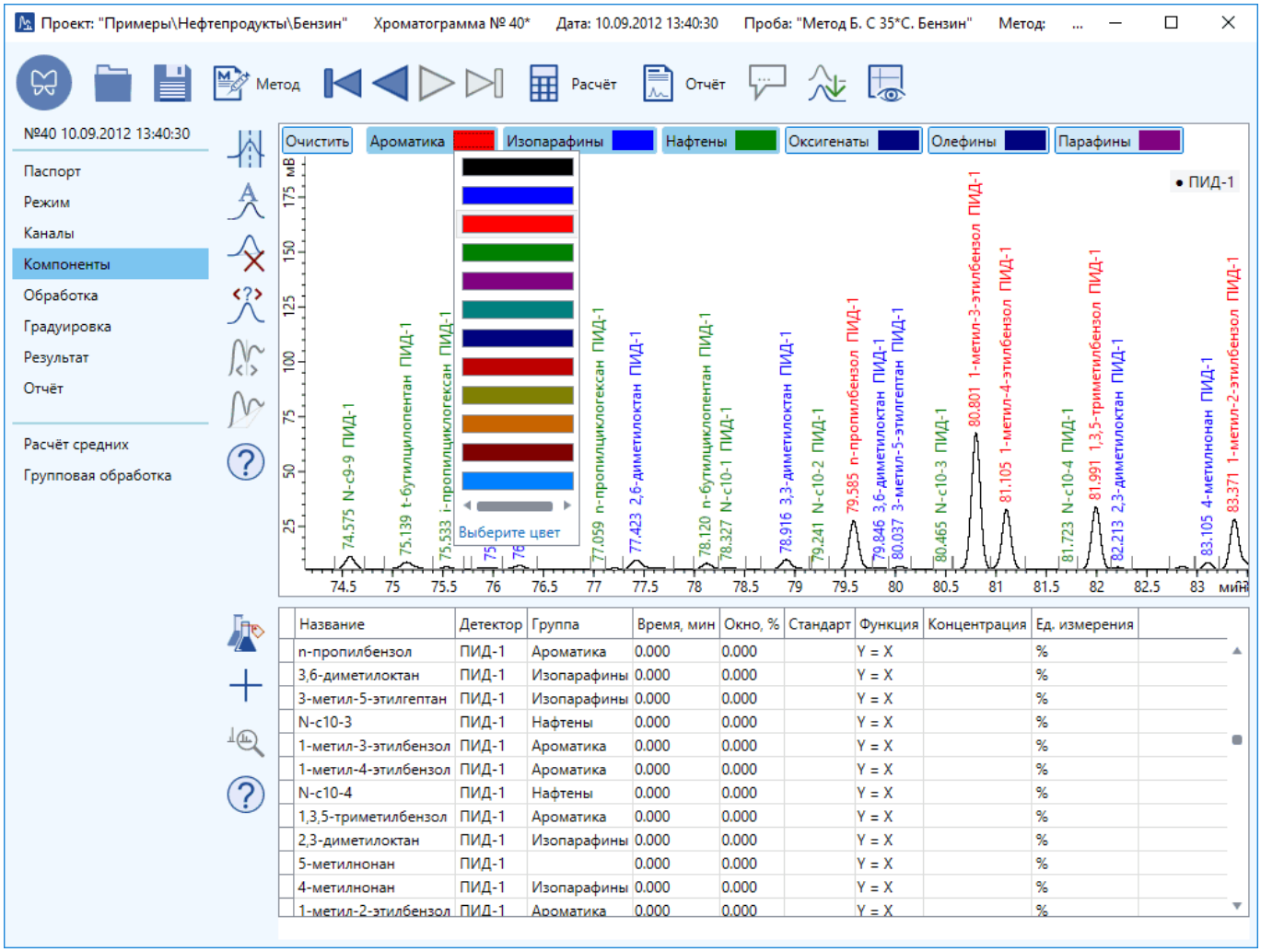


Рисунок 4.48 – Включение выделения групп пиков

4.4.7 Выбор активного канала

В случае многоканальной хроматограммы графики каналов располагаются один над другим. При этом один из каналов рисуется поверх остальных и является активным. Подписи осей, относятся только к активному каналу, так как в общем случае масштабы каналов могут не совпадать и вообще иметь разные единицы измерения.

Переместить канал наверх и, следовательно, сделать его активным, можно щелкнув мышью на его графике или воспользовавшись легендой.

- Для того, чтобы сменить активный канал, щелкните по его названию в легенде хроматограммы.
- Если **дважды** щелкнуть мышью на названии канала, то на графике будет показан только этот канал, а все остальные будут скрыты. При этом их названия в списке отображаются более бледным цветом.

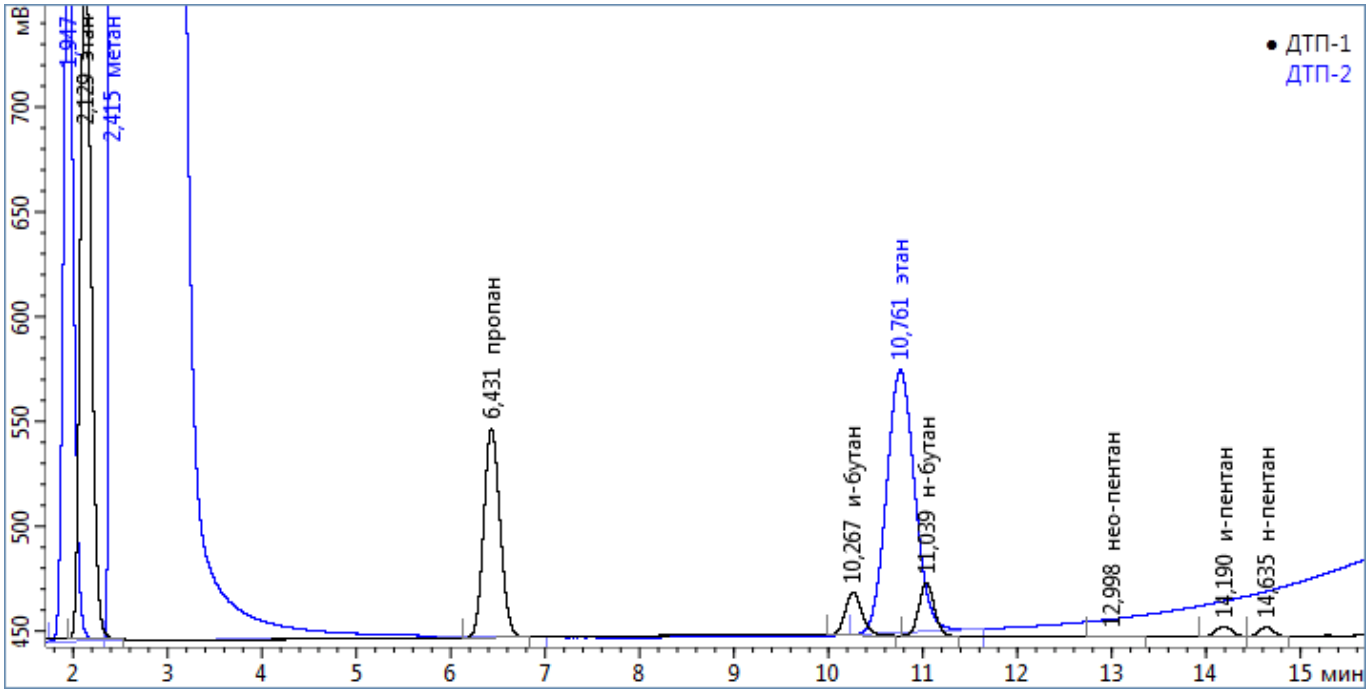


Рисунок 4.49 – Переключение активности канала

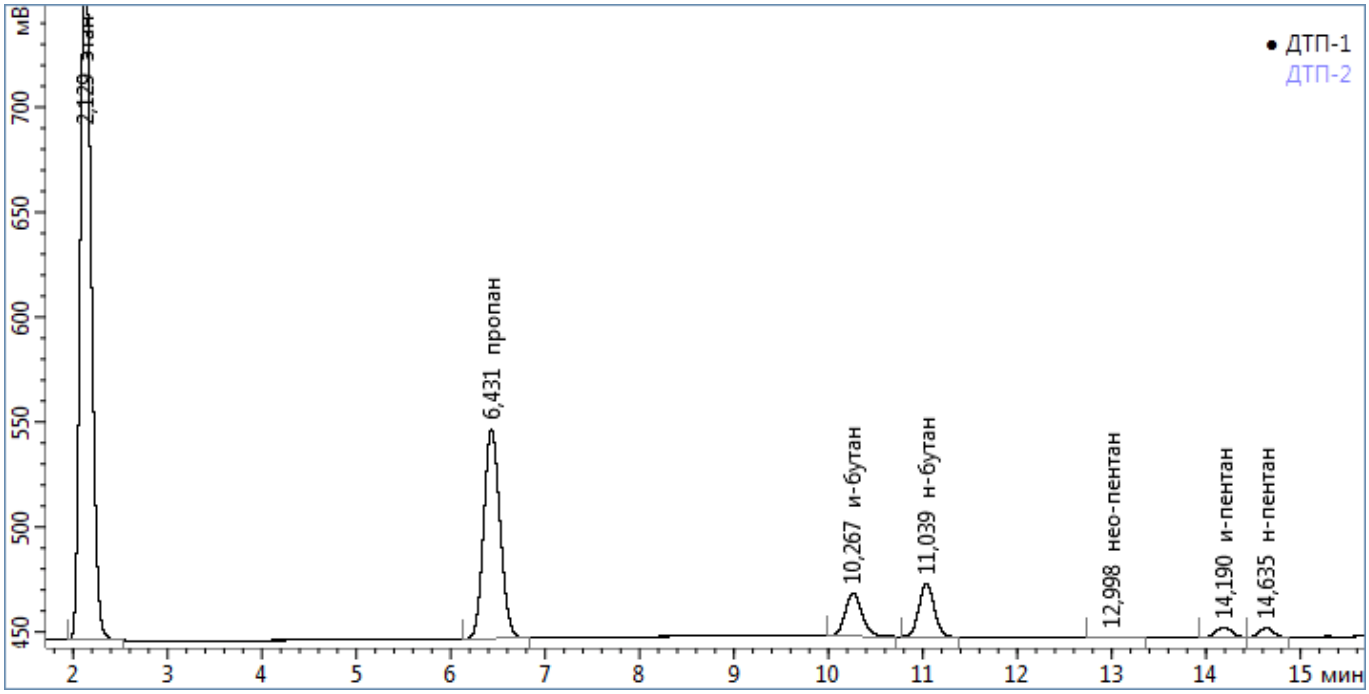


Рисунок 4.50 – Переключение видимости канала

С помощью этой кнопки вы можете переключить прозрачность неактивных каналов (см. рисунок ниже).

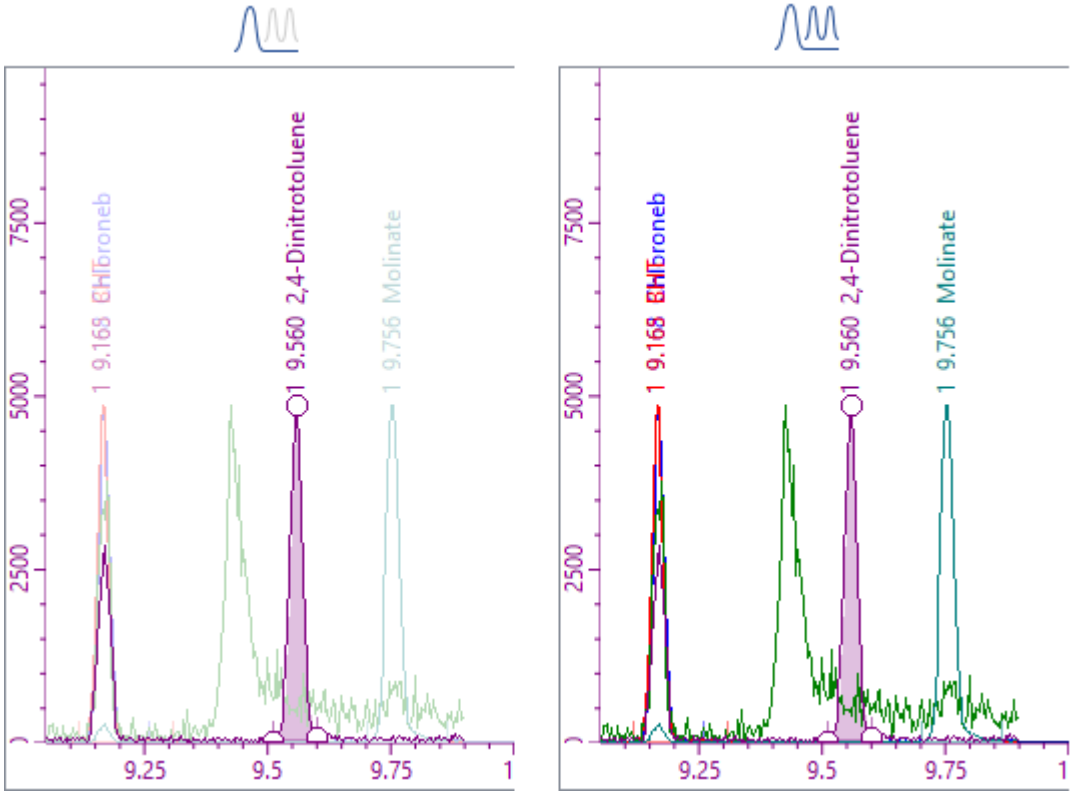


Рисунок 4.51 – Переключение прозрачности неактивных каналов

4.4.8 Разнесение каналов по вертикали

Для того, чтобы на многоканальной хроматограмме каналы расположить один над другим, нажмите комбинацию клавиш **CTRL + ENTER**:

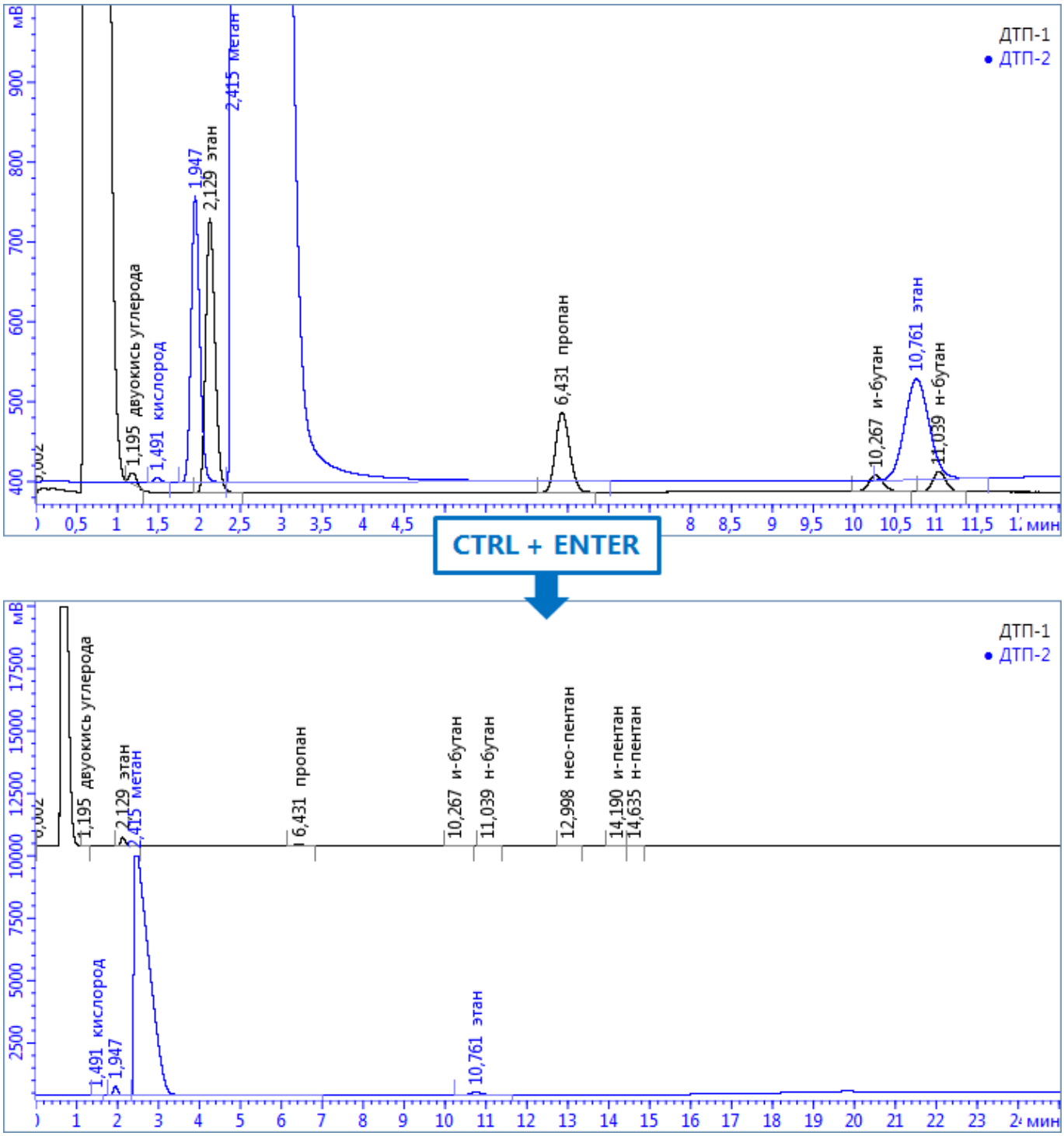


Рисунок 4.52 – Разнесение каналов по вертикали

4.4.9 Сравнение каналов

Для быстрого визуального сравнения каналов:

- Перейдите на хроматограмму, с которой хотите скопировать канал.
- Выберите канал.
- Щелкните по графику правой кнопкой мыши и выберите в меню пункт **Копировать**.
- Перейдите на хроматограмму, в которую хотите вставить канал.
- Щелкните по графику правой кнопкой мыши и выберите в меню пункт **Вставить**.

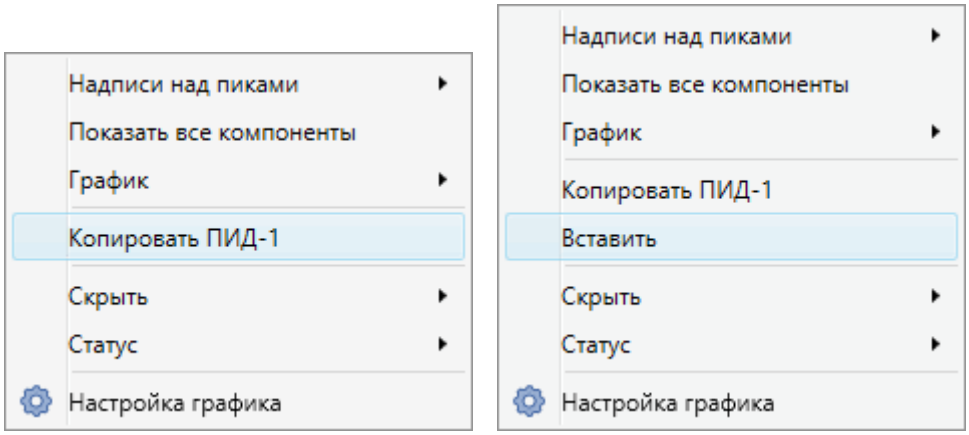


Рисунок 4.53 – Переключение видимости канала

Так же для визуального сравнения каналов можно использовать плагин, позволяющий быстро скопировать из заданной хроматограммы (или метода) заданные каналы детекторов. Исходная хроматограмма (или метод) может располагаться в любом проекте.

Для запуска процесса добавьте на панель инструментов кнопку **Сравнение каналов** (из раздела **Процессы/Сервис**). При нажатии на нее появляется диалог. В данном диалоге:

- Выберите проект с образцовой хроматограммой.
- Выберите хроматограмму или метод.
- Выберите интересующие каналы детекторов.
- Нажмите **Выполнить**.

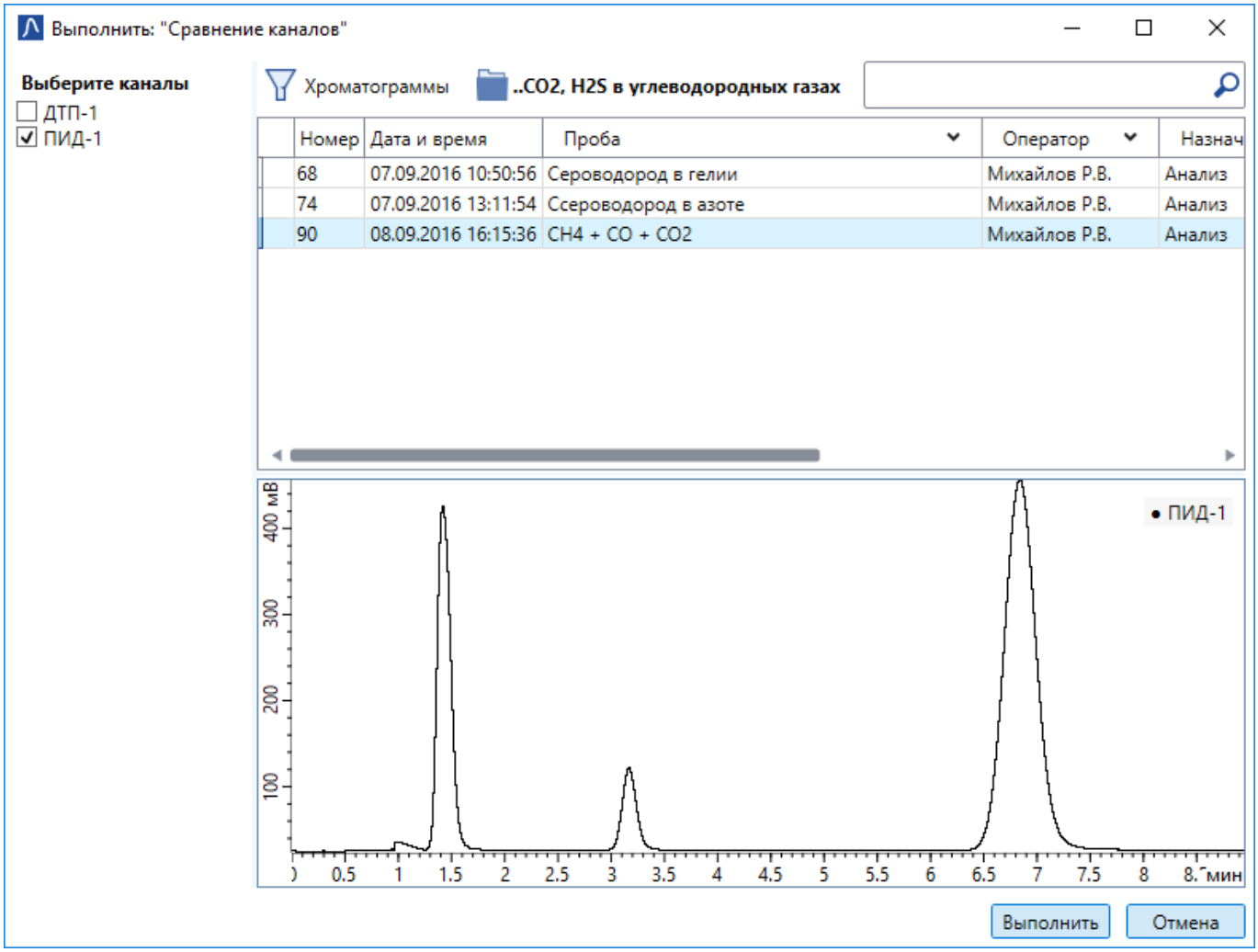


Рисунок 4.54 –

4.4.10 Закладка "Каналы"

Дополнительные элементы управления каналами располагаются на закладке **Каналы**. Здесь оператор может:

- Включить/выключить отображение каналов (в том числе воспользовавшись фильтром в заголовке соответствующего столбца таблицы).
- Выбрать цвет канала.
- Настроить сдвиг в минутах.
- Выключить признак Редактировался, для того, чтобы программа могла выполнить автоматический поиск пиков, который блокируется, если хотя бы один пик был отредактирован вручную.

Каналы	Ед. измерения	Цвет	Частота	Редактировался?	Сдвиг	Шум, В	Шум, А	Дрейф, В/ч	Дрейф, А/ч	Интервал, мин
Детекторы 2										
☑ МСД-1.1 | 50 - 300			4.652	☐	2.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☑ МСД-1.2 | 272			4.652	☐	2.500	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
Диагностические каналы 45										
☐ МСД-1-Давление глубокого вакуума,	мкТорр		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☐ МСД-1-Давление форвакуума, мТорр	мТорр		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☐ МСД-1-Напряжение +1.4В	Напряжение +1.4В		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☐ МСД-1-Напряжение +1.8В	Напряжение +1.8В		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☐ МСД-1-Напряжение +12В	Напряжение +12В		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☐ МСД-1-Напряжение +150В	Напряжение +150В		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000
☐ МСД-1-Напряжение +15В	Напряжение +15В		1.001	☐	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000 - 0.000

Рисунок 4.55 – Закладка "Каналы"

С помощью контекстного меню (открывается щелчком **правой кнопки мыши**) скопировать выделенные в таблице каналы, чтобы вставить их в другую хроматограмму для визуального сравнения.

В столбцах "Шум", "Дрейф" и "Интервал" отображаются результаты расчёта шума, выполняемые процессом Оперативная оценка шума.

4.4.11 Сдвиг

Параметр **сдвиг** можно изменять. Это может быть удобно при ошибке ввода, когда оператор замешкался, нажимая кнопку старта. Подбор сдвига позволяет избежать необходимости корректировать времена удерживания компонентов.

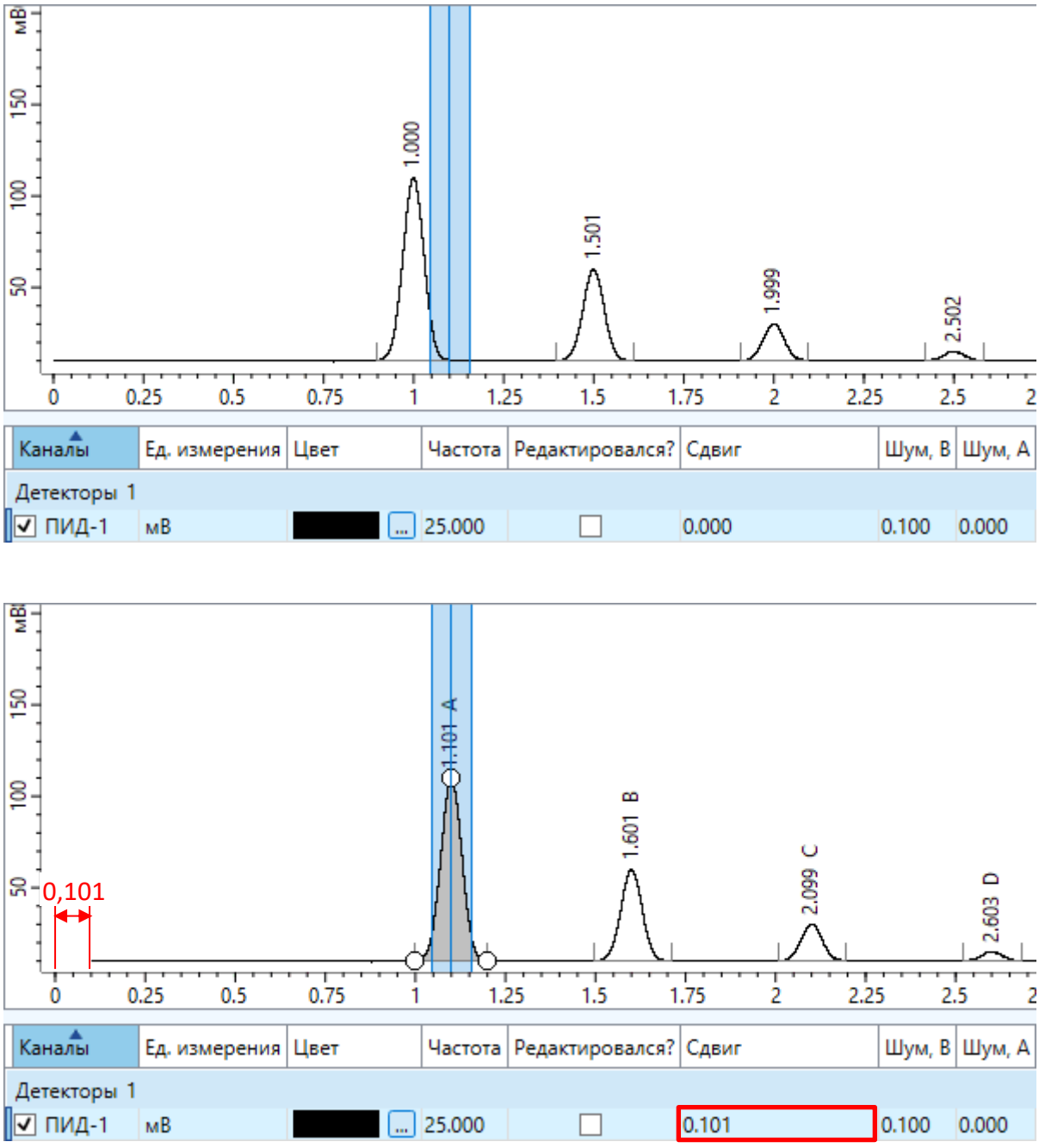


Рисунок 4.56 – Сдвиг канала

Изменить сдвиг можно с помощью мыши. Для этого нажмите (и удерживайте) клавиши **SHIFT + ПРОБЕЛ** и переместите канал с помощью мыши в нужном направлении.

Сдвигать можно один канал относительно другого. Например, автодозатор ДАЖ-2М (3D) вводит пробу в Испаритель-1, после чего в этом же анализе вводит пробу в Испаритель-2. Хроматограмма на канале 2 сдвинута относительно канала 1 на время, в течение которого дозатор отбирал пробу после первого ввода (в это время может входить заданная оператором задержка). Если для канала 2 указать отрицательный сдвиг, пики можно совместить по времени с пиками на канале 1.

4.4.12 Создание каналов по масс-спектрам

С помощью кнопки **Настроить МСД-каналы** можно добавлять и удалять каналы масс-спектрометрического детектора.

- Нажмите Добавить фильтр.
- В появившейся новой строке укажите массу, или диапазон масс (через дефис, например, 50-100).
- Нажмите **Применить**.
- В названии канала приведена информация, по каким массам он создан.

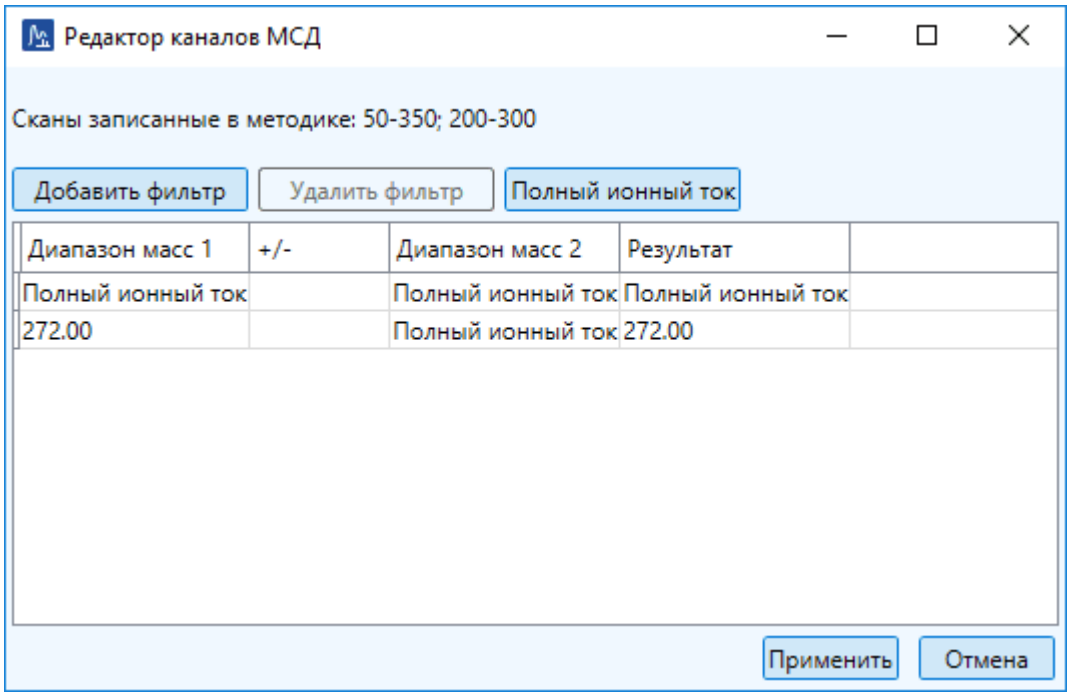


Рисунок 4.57 – Настройка МСД-каналов

МС-данные могут содержать несколько сегментов и сканов с различными диапазонами масс, причём эти диапазоны могут перекрываться, как в примере на рисунке выше.

По одному фильтру, который накладывается на МС-данные, можно создать сразу несколько каналов.

Например, мы хотим получить хроматограмму по массе 272. При этом в режиме МСД были созданы следующие сканы:

- 50-350.
- 200-300.

Оба скана содержат массу 272, поэтому при наложении фильтра по массе 272 мы получим не один канал, а два, как показано на рисунке выше.

Если необходимо, в столбце **+/–** редактора каналов вы можете к заданной массе (диапазону масс) прибавить другую массу (диапазон) или вычесть:

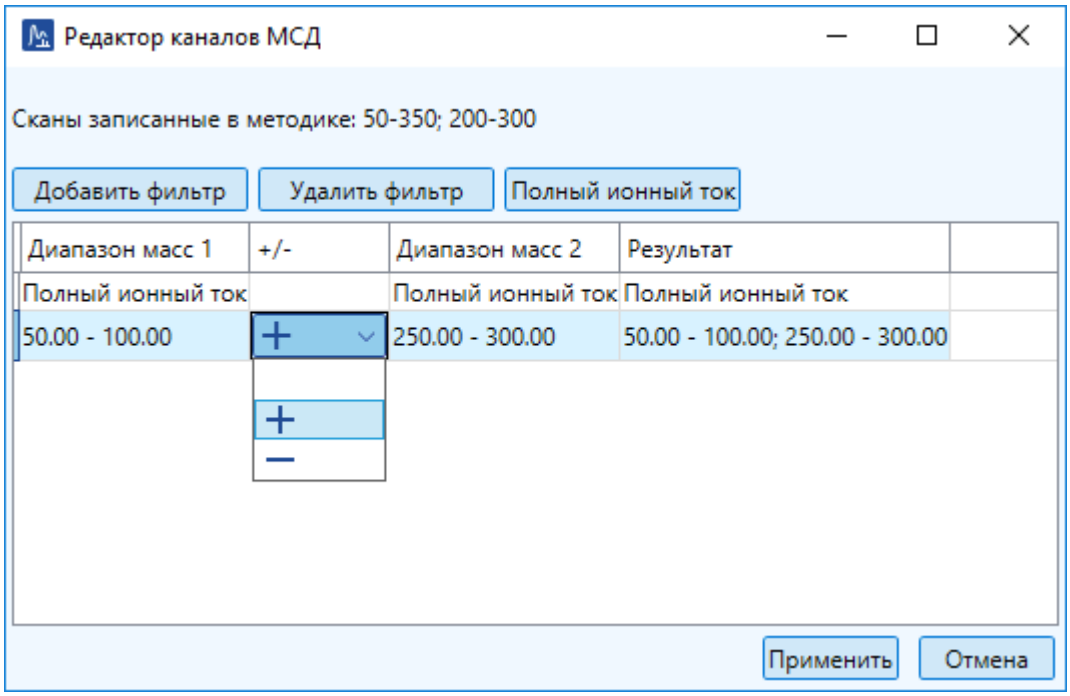


Рисунок 4.58 – Настройка МСД-каналов

Если хроматограмма записана в режиме **Синхронизированный (t-SIM)**, то имеется возможность построить единый канал для всех сегментов. Для этого в **Редакторе каналов МСД** выберите **Режим создания** – **Игнорирование сегментов**:

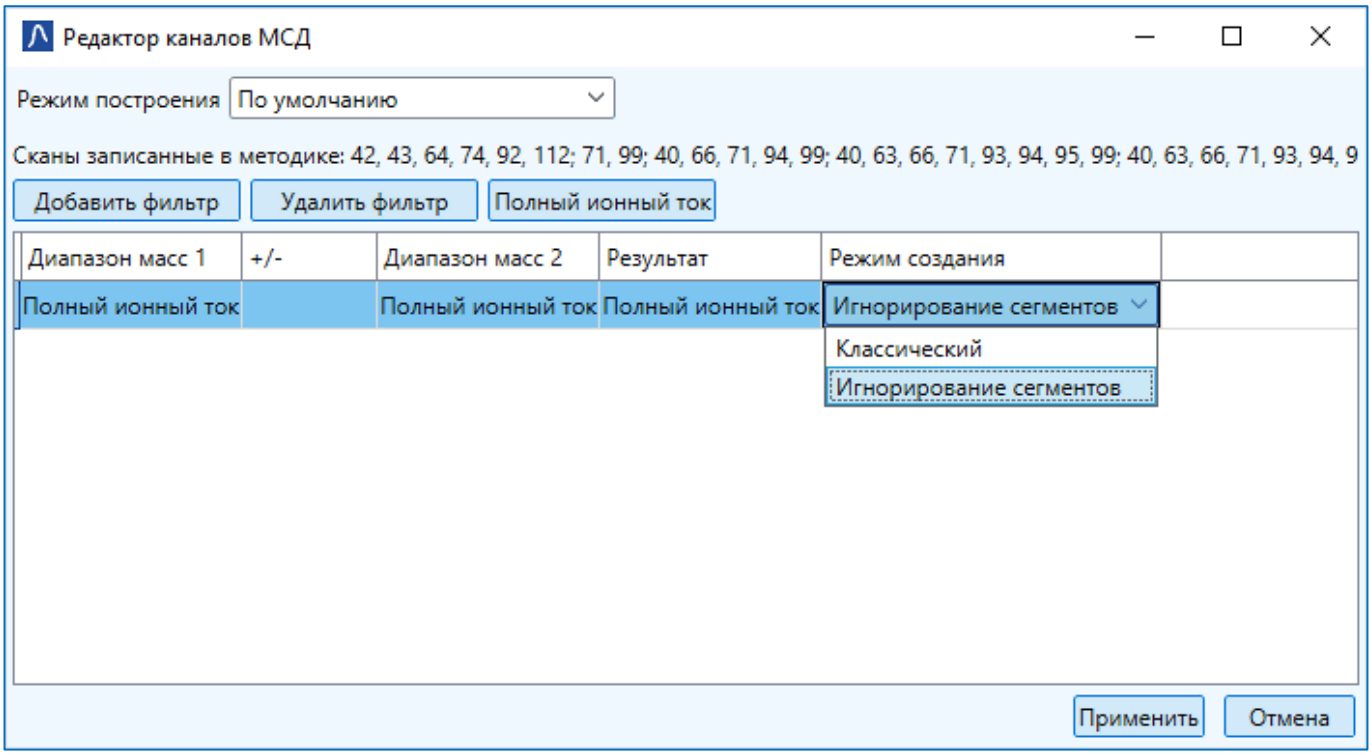


Рисунок 4.59 – Настройка МСД-каналов. Игнорирование сегментов

Если хроматограмма записана в режиме **Расширенный (t-SIM+Скан)**, то по окончании анализа каналы и компоненты будут созданы автоматически в соответствии с заданными параметрами режима.

В **Редакторе каналов МСД** есть возможность поменять **Главный ион**, по которому будет построен канал и проведен количественный анализ.

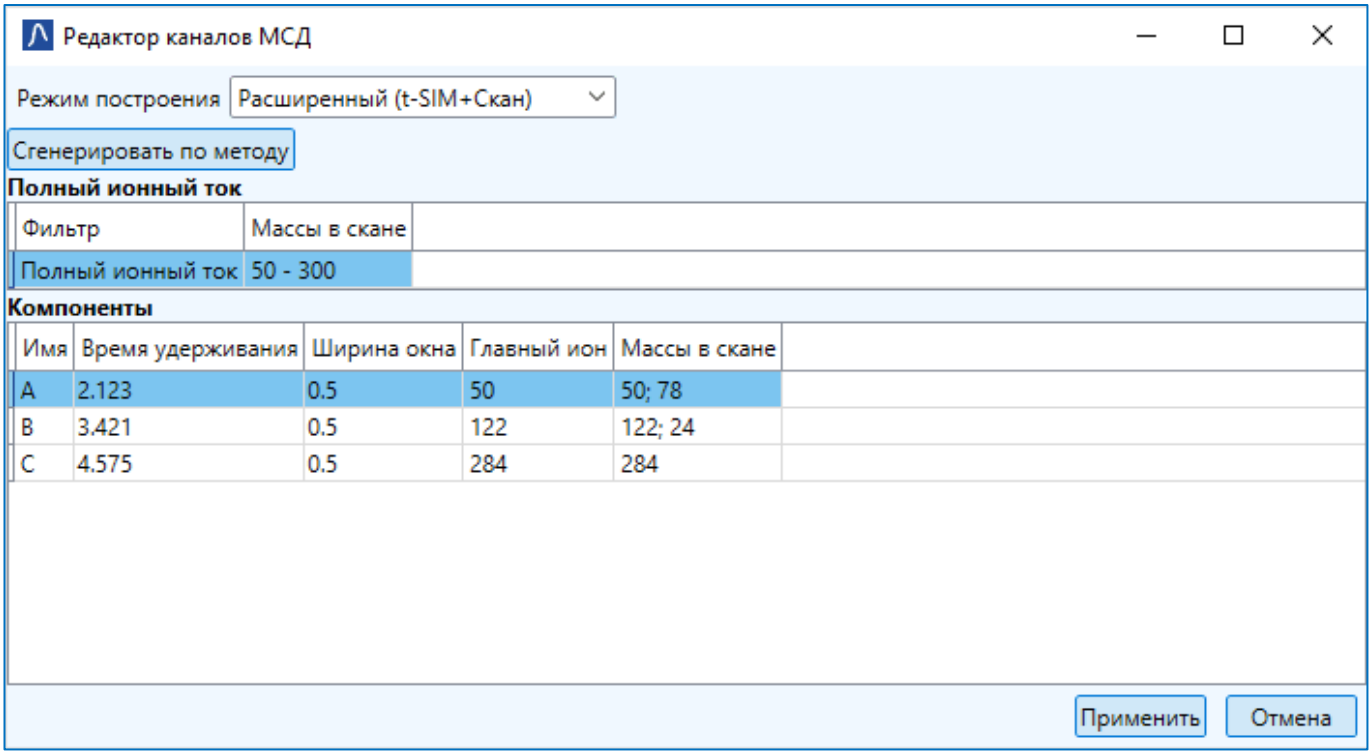


Рисунок 4.60 – Настройка МСД-каналов в режиме Расширенный (t-SIM+Скан). Редактор ионов

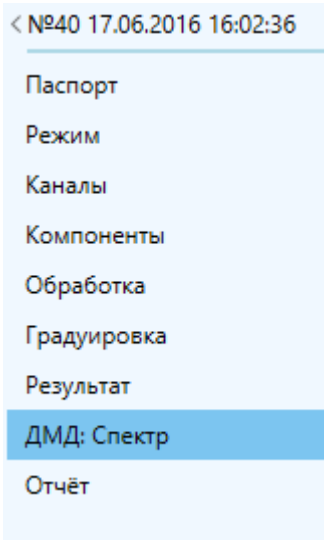
4.4.13 Удаление каналов

Для удаления канала:

- Перейдите на закладку **Каналы**.
- Выделите канал в списке
- Нажмите на клавишу **DELETE**.

Удалять можно только каналы МСД (поскольку их всегда можно создать заново) или каналы, скопированные из других хроматограмм. Каналы, записанные хроматографом удалить нельзя.

4.4.13.1 Работа со спектрами ДМД



Диодно-матричный детектор (ДМД) является вариантом UF-VID детектора. Он осуществляет регистрацию спектра, проходящего через ячейку элюата. Наличие спектра увеличивает надежность идентификации компонентов, снижается вероятность принять неразрешенные пики за один компонент. Также, наличие оптического спектра поглощения полезно для исследовательских целей.

При работе с диодно-матричным детектором хроматографа "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014" записываются трехмерные данные, представляющие собой массив хроматографических каналов, соответствующих различным длинам волн.

В "Хроматэк Аналитик" появляется закладка **ДМД: Спектр**.

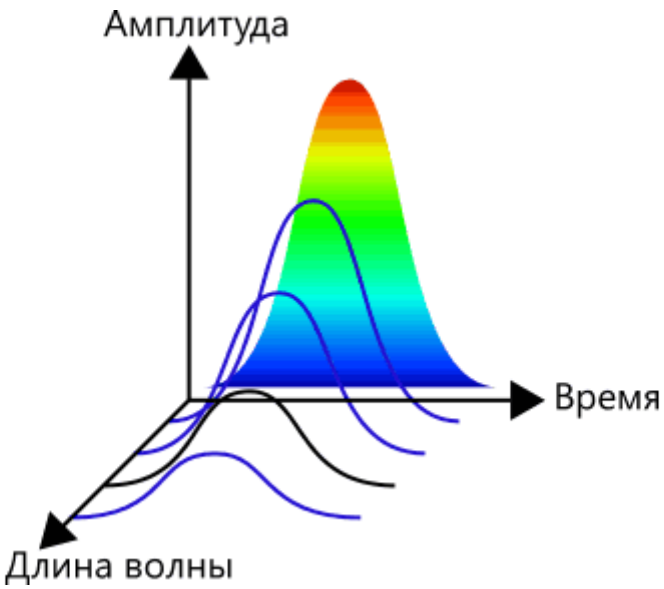


Рисунок 4.61 – Спектр диодно-матричного детектора

На данной закладке в левом верхнем углу отображается записанный спектр. Данный график представляет собой вид сверху на трехмерный сигнал, на котором изменение амплитуды сигнала отображается в виде цветового градиента.

Спектр можно масштабировать так же, как и любой другой график в "Хроматэк Аналитик".



В процессе масштабирования вам может потребоваться нормализовать цвета в пределах выбранного участка. Для этого нажмите соответствующую кнопку на боковой панели или комбинацию клавиш **SHIFT + ENTER**.

Так же вы можете нормализовать цвета, перемещая белые горизонтальные курсоры на цветовой полосе в центре окна.

Нормализация цветов позволяет надежнее выявлять небольшие пики.

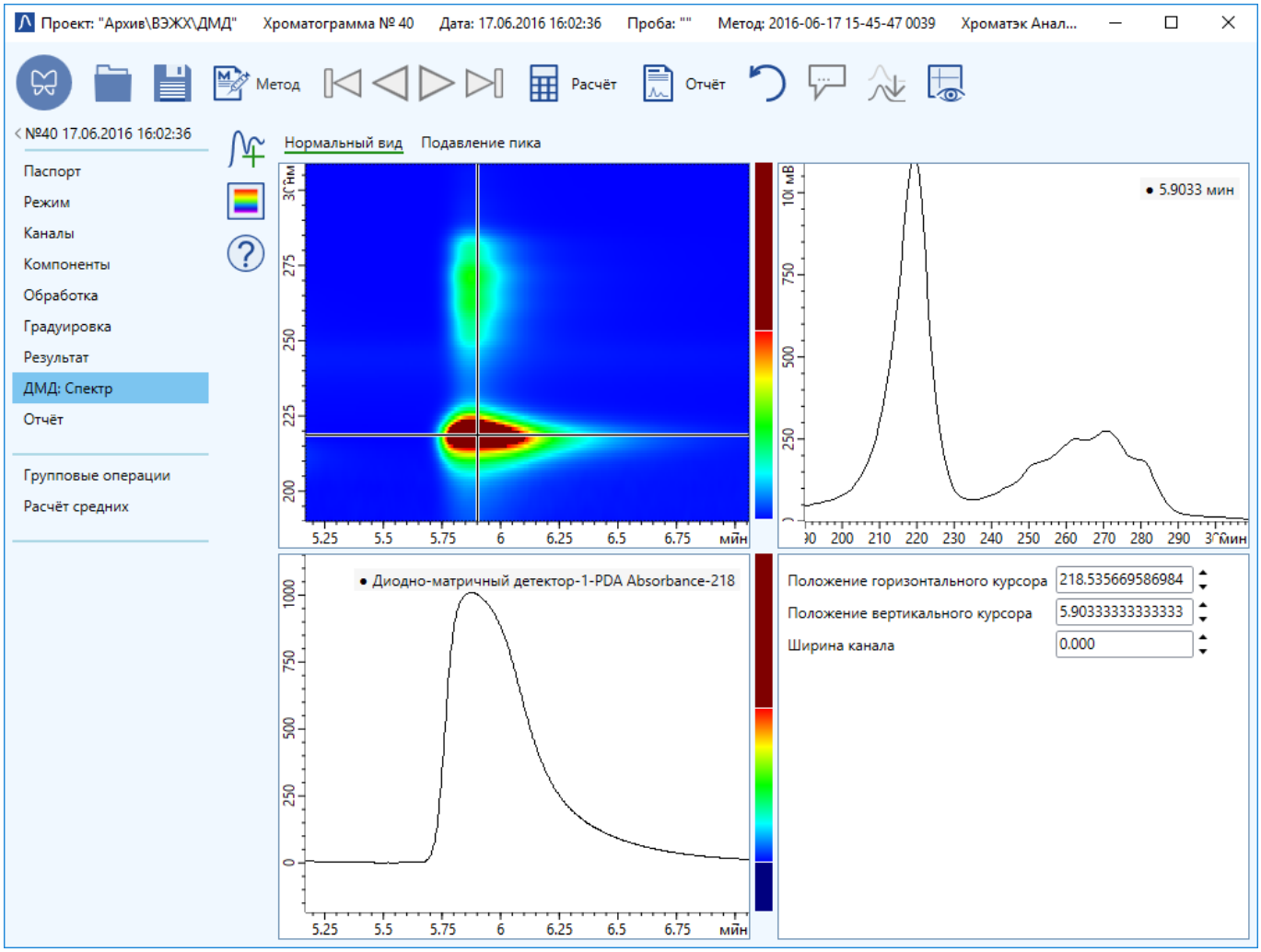


Рисунок 4.62 – Спектр диодно-матричного детектора в "Хроматэк Аналитик"

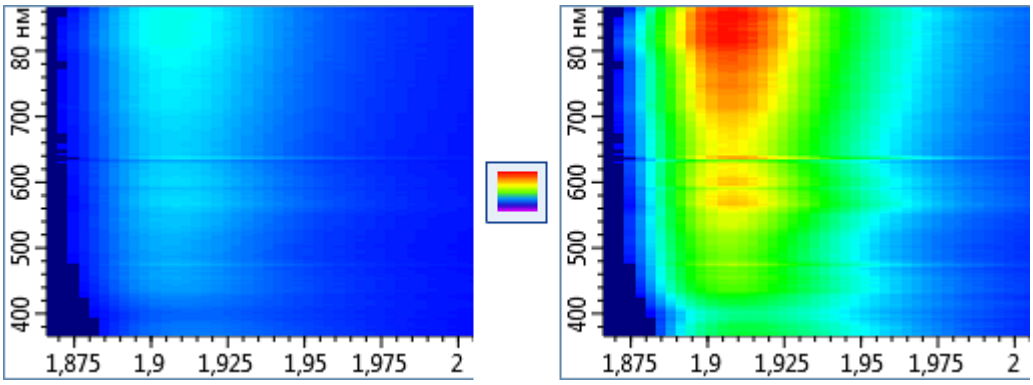


Рисунок 4.63 – Нормализация цветов на выбранном участке

На спектре располагаются два маркера, которые можно перемещать мышью:

Вертикальный – отображает срез трехмерных данных в осях длина волны – амплитуда. Соответствующий график располагается в правом верхнем углу окна.

Горизонтальный – отображает срез трехмерных данных в осях время – амплитуда. Соответствующий график располагается в левом нижнем углу окна.

Если маркеры не видны, щёлкните мышью в любом месте графика и задержите кнопку мыши в нажатом виде на 0.5 секунды.

Фактически в позиции горизонтального маркера отображается обычный хроматографический канал. Таким образом, использование спектра сводится к тому, чтобы выбрать длину волны, на которой хроматограмма наиболее оптимальна для проведения однозначной идентификации компонентов и количественного расчёта.

Для создания канала задайте интересующую длину волны и нажмите на кнопку **Создать канал** на боковой панели.

Будет создан хроматографический канал. Работа с ним аналогична работе с любым другим хроматографическим каналом.

4.4.13.2 Режим подавления пиков

Для перехода в этот режим перейдите на закладку **Подавление пика** (над графиком):

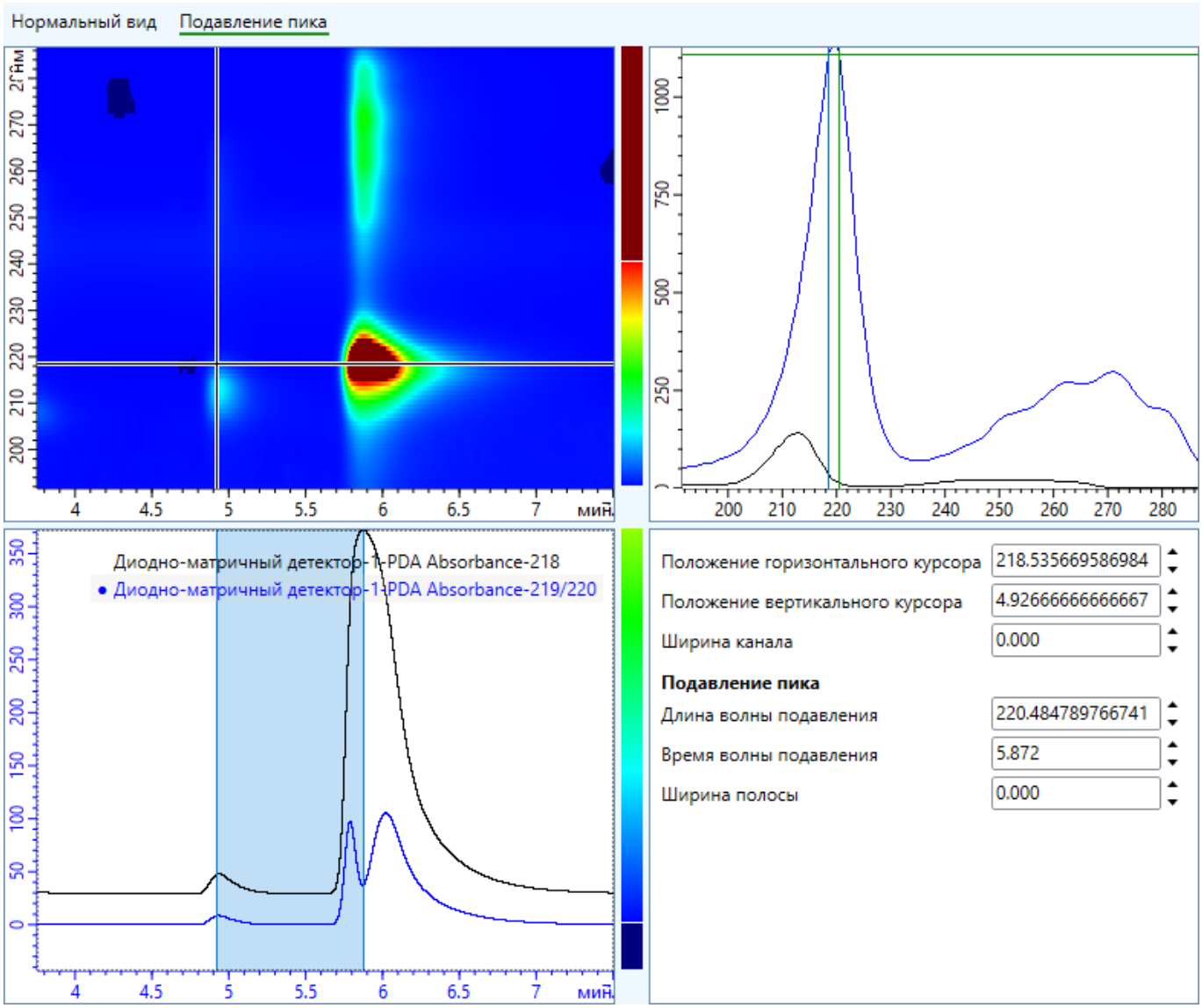


Рисунок 4.64 – Нормализация цветов на выбранном участке

При выборе данного режима окно рабочая область делится на следующие четыре поля:

- Цветовая карта полученного спектра.
- Окно подбора длины волны подавления.
- Окно хроматограммы.
- Параметры.

Для подавления мешающего пика в окне хроматограммы вкладки "Спектр" необходимо установить маркеры на конкурирующие пики.

Выбор длины волны подавления осуществляется следующим образом:

- Синим курсором необходимо выбрать интересующий максимум поглощения требуемого компонента.
- На спектре подавляемого пика автоматически определяются все длины волн с равными интенсивностями поглощения.
- Из рассчитанных длин волн необходимо выбрать ту, при которой интенсивность поглощения подавляемого пика будет наибольшей, при наименьшей интенсивности поглощения интересующего компонента.
- В окне параметров задать длину волны подавления и ширину полосы пропускания. После нажатия кнопки **Создать канал**, на хроматограмме появится новый канал.

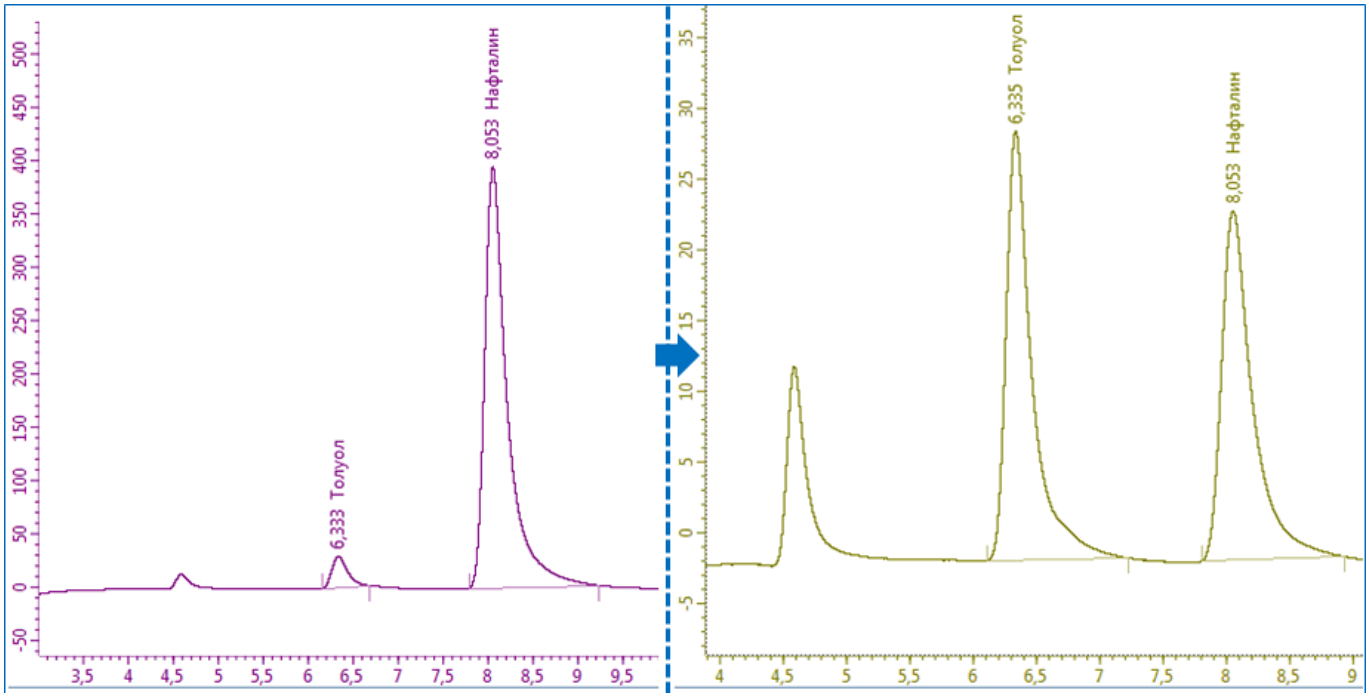


Рисунок 4.65 – Хроматограмма до и после подавления пика нафталина

Вы можете просмотреть данные в виде 3D поверхности и скопировать изображение в буфер обмена:

- Перейдите на закладку **3D график**.
- Щелкните по графику правой кнопкой мыши и выберите команду **Копировать изображение в буфер обмена**.

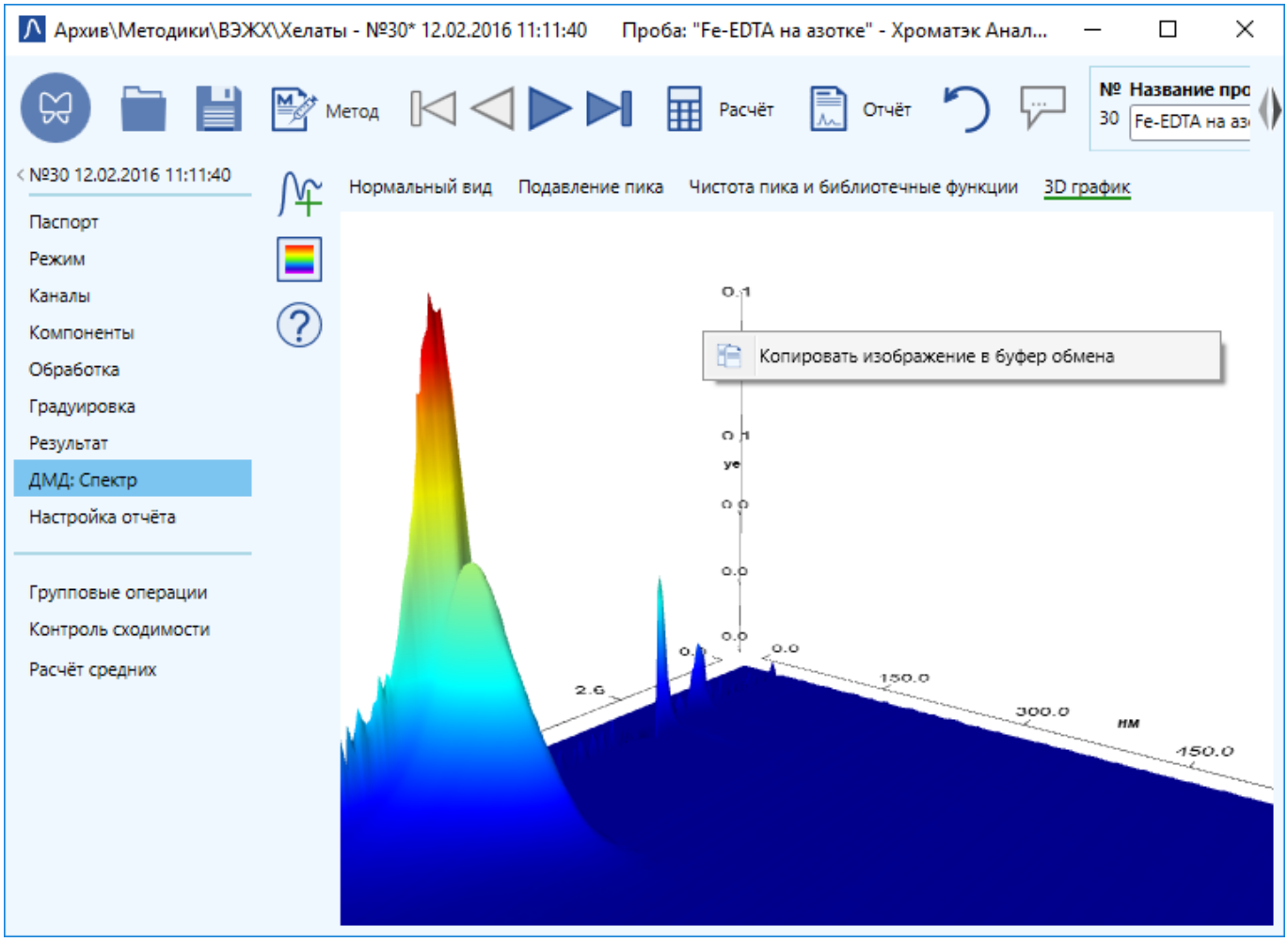


Рисунок 4.66 – Данные в виде 3D-поверхности

4.5 Создание метода

При работе с масс-спектрометрическим детектором предварительно необходимо выяснить, какие хроматографические каналы нужно создать на основе масс-спектров.

Алгоритм создания метода без градуировки

1. Задайте режим хроматографа.
2. Дождитесь выхода хроматографа на этап "Готовность", введите пробу (качественный состав и порядок выхода компонентов должны быть известны). Нажмите кнопку **Старт** на хроматографе.
3. Заполните паспорт хроматограммы. Назначение хроматограммы – **Анализ**.
4. Если вы работаете с масс-спектрометрическим детектором, предварительно проведите качественный анализ и создайте необходимые каналы хроматограмм.
5. Дождитесь выхода интересующих компонентов. Настройте параметры поиска пиков.
6. Настройте параметры количественного расчёта.
7. Настройте параметры отчёта.
8. Настройте таблицу компонентов.
9. Сохраните метод.



После настройки (и в случае последующего изменения параметров обработки или таблицы компонентов) следует выполнить **расчёт**, нажав на соответствующую кнопку на верхней панели инструментов.

Алгоритм создания метода с градуировкой

1. Задайте режим хроматографа.
2. Дождитесь выхода хроматографа на этап "Готовность", введите стандартный образец (качественный и количественный состав, порядок выхода компонентов должны быть известны). Нажмите кнопку **Старт** на хроматографе.
3. Заполните паспорт хроматограммы. Назначение хроматограммы – **Градуировка**.
4. Если вы работаете с масс-спектрометрическим детектором, предварительно проведите качественный анализ и создайте необходимые каналы хроматограмм.
5. Дождитесь выхода интересующих компонентов. Настройте параметры поиска пиков.
6. Настройте параметры количественного расчёта.
7. Настройте параметры отчёта.
8. Настройте таблицу компонентов.
9. Настройте градуировочные уровни (если проводите многоуровневую градуировку) или просто задайте известные концентрации компонентов.
10. Дождитесь выхода хроматографа на этап "Готовность", введите стандартный образец.
11. Обработайте хроматограмму, как предыдущую.
12. В паспорте укажите градуировочный уровень, соответствующий введённой пробе.
13. Дождитесь выхода интересующих компонентов.
14. Выполните расчёт.
15. Повторяйте п. 10-14, пока не будут получены все градуировочные хроматограммы.
16. Проконтролируйте правильность построения градуировки.
17. Сохраните метод.

4.5.1 Задание режима хроматографа

 Нажмите на кнопку **Панель управления**.

На экране появится программа "Панель управления".

Задайте в ней режим хроматографа

Проконтролируйте выход хроматографа на этап "Готовность"

Приступите к проведению анализов в соответствии с одним из вышеописанных алгоритмов

4.5.2 Заполнение паспорта хроматограммы

Паспорт открывается автоматически при старте анализа (при работе с Планировщиком рекомендуется эту опцию отключить).

Вы можете открыть паспорт и изменить его в любой момент. Для этого нажмите кнопку **Паспорт** на боковой панели.

- Задайте название пробы.
- Задайте назначение хроматограммы.

Анализ. Хроматограмма используется для определения количественного состава неизвестной пробы.

Градуировка. Хроматограмма используется для построения градуировочной зависимости.

Контрольный образец. Хроматограмма предназначена для проверки правильности построения градуировки. Используется в некоторых методиках.

Нулевая линия. Хроматограмма используется для коррекции нулевой линии или для расчёта шума при поверке хроматографа.

- Укажите фамилию оператора.

Если в вашей системе созданы учётные записи, то поле оператор изменить нельзя.

- Укажите **объём** пробы.

Поскольку размерность величин здесь не указывается, необходимо следить, чтобы в ходе градуировки и количественного анализа, размерность количества вещества была одинаковой. Недопустимо строить градуировку в микролитрах, а анализ выполнять в миллилитрах.

- Задайте **разведение**, если оно используется в вашей методике. Если разведение не используется, оно должно быть равно 1.
- Укажите название колонки (необязательный параметр).

По умолчанию в "Хроматэк Аналитик" показаны только те поля паспорта, которые необходимо заполнять независимо от вида задач пользователя. Однако в программе предусмотрено несколько дополнительных информационных параметров.

- Например, если вы проводите градуировку, укажите номер **градуировочного уровня**.

Этот параметр, как и некоторые другие, по умолчанию скрыт и если он вам нужен, нажмите кнопку **Настройка** и добавьте его в паспорт.

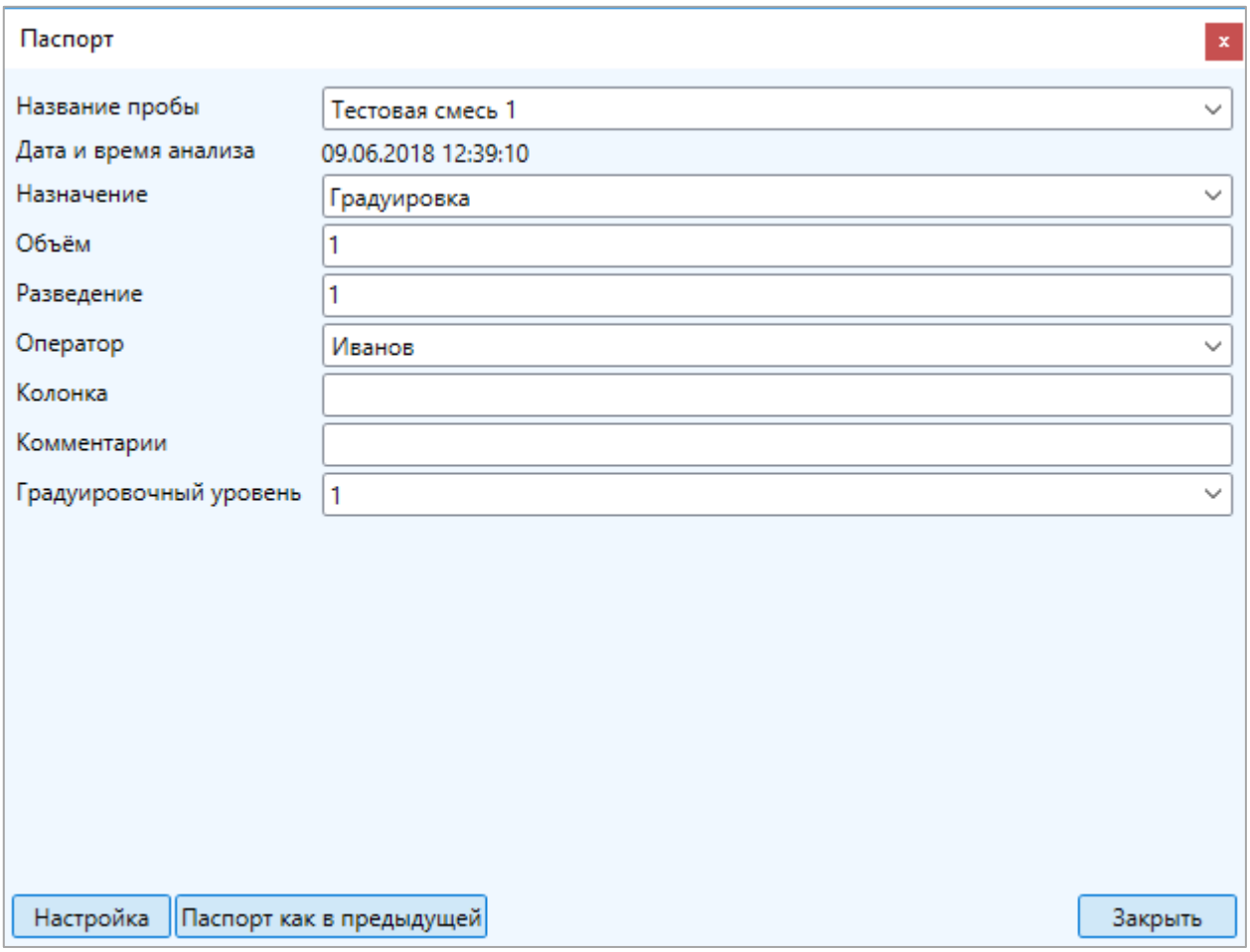
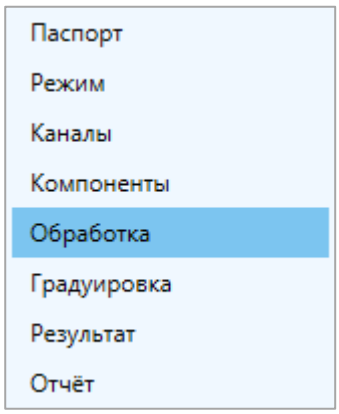


Рисунок 4.67 – Паспорт хроматограммы

При проведении анализов одной и той же пробы (градуировка или параллельные анализы) удобно использовать кнопку **Паспорт как в предыдущей** (копирование всех полей паспорта из предыдущей хроматограммы).

4.5.3 Поиск пиков



Назначение операции **Поиск пиков**:

Интегрирование (разметка пиков на хроматограмме, вычисление их высот и площадей).

Идентификация.

Для настройки поиска пиков перейдите на закладку **Обработка** и выделите в списке операцию **Поиск пиков**.

Интегрирование

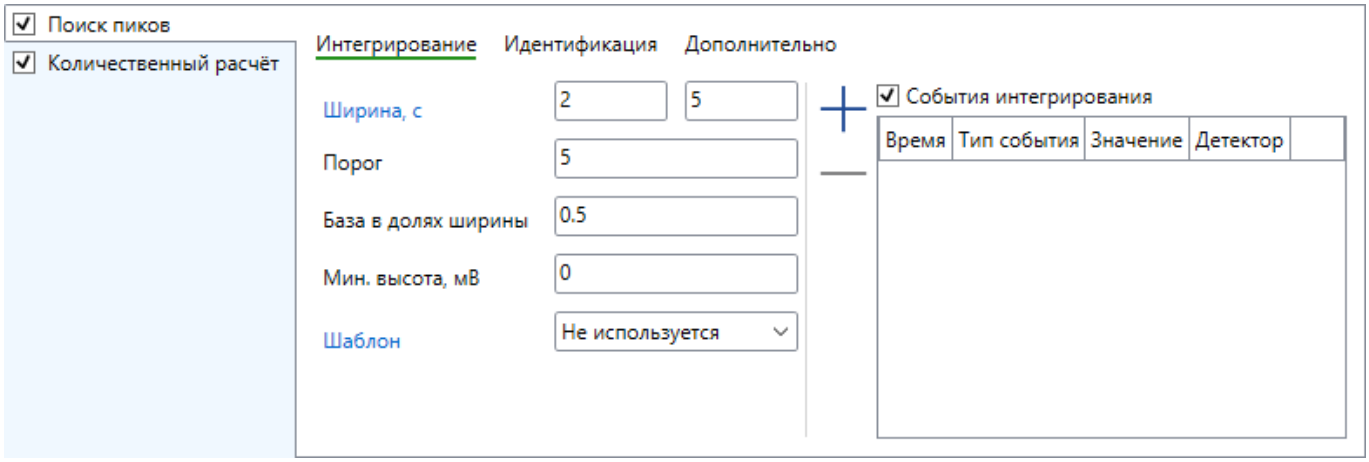


Рисунок 4.68 – Параметры поиска пиков. Интегрирование

В идеальном случае настройка разметки сводится к заданию четырех параметров:

Ширина – параметр определяет, какой ширины (в секундах) должен быть пик хроматограммы, чтобы программа его проинтегрировала. Если данный параметр мал, широкие пики воспринимаются программой, как дрейф и не размечаются. Поскольку пики ближе к концу хроматограммы уширяются, значение ширины пика в начале может оказаться недостаточным для их обнаружения, поэтому задаются два значения – ширина в начале и конце.

Порог – критерий обнаружения начала пика. Если значение производной в каждой точке хроматограммы превысит уровень, установленный данным параметром, то считается, что в данной точке начался пик.

База в долях ширины – параметр описывает, какое пространство должно быть между двумя пиками, чтобы программа посчитала их отдельно стоящими. Значение параметра задается не в секундах, а в долях ширины. Таким образом, если ширина на данном участке равна 2 с., а база – 0,4 ш., то это означает, что между пиками должно быть пустое пространство шириной не менее одной секунды, иначе они будут считаться слившимися. Рекомендуемое значение – 0,1.

Мин. высота – любой шумовой выброс нулевой линии программа может посчитать за пик, что неудобно. Рекомендуется установить минимальную высоту пиков (в милливольтах). Пики, ниже

этого порога не будут размечены на хроматограмме. Этот параметр требует подбора по конкретной хроматограмме.

Если щелкнуть мышью по параметру **Ширина**, программа подбирает оптимальное значение ширины пиков для данной хроматограммы. Нажать на ссылку нужно несколько раз, пока цифры не перестанут изменяться.

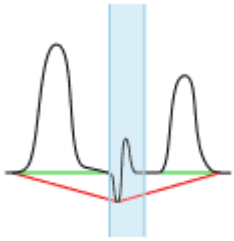
4.5.3.1 События интегрирования

Иногда подбором параметров интегрирования добиться корректной разметки пиков удается не на всей хроматограмме, а лишь на некотором её участке. В других случаях на хроматограмме могут присутствовать пики, не участвующие в расчёте, а их разметка может мешать визуальному восприятию хроматограммы. Для тонкой настройки разметки пиков на хроматограмме могут быть использованы События интегрирования.

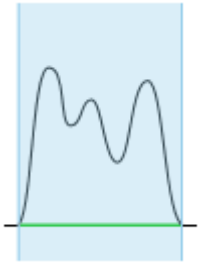
События интегрирования позволяют установить значения перечисленных выше параметров еще более тонко, позволяя оператору еще сильнее влиять на процедуру детектирования пиков на хроматограмме. Событие можно задать, как для отдельного детектора, так и для всех детекторов одновременно.

При задании событий интегрирования удобно пользоваться маркером. Он позволяет задать время, с которого будет выполнено событие, а также визуально изменять его границы (для событий, выполняющихся на определенном интервале).

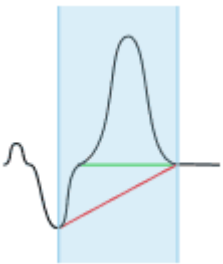
Применение событий интегрирования (красная линия – разметка до применения события, зеленая – разметка в результате применения события, голубая полоса – положение маркера):



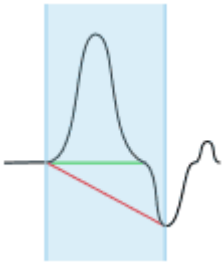
Запрет разметки на интервале, мин
Это событие используется чаще других. Оно помогает удалить участи разметки в тех местах, где базовая линия проведена неправильно или разметка там просто избыточна. В качестве параметров события задается время начала и окончания интервала.



Один пик на интервале, мин
Если требуется группу пиков разметить, как один (например, для подсчета суммарной площади плохо разделенных изомеров), следует воспользоваться этим событием. В качестве параметров события задается время начала и окончания интервала.

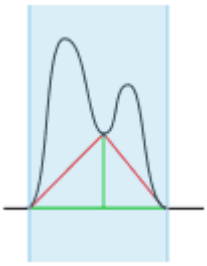


Горизонталь назад на интервале, мин
Проводится горизонтальная линия из конца пика до пересечения с хроматограммой или базовой линией. Применяется, когда пик выходит сразу после провала (отрицательного пика), плохо отделяясь от него. В качестве параметров события задается время начала и окончания интервала. Исходный пик должен целиком попадать в интервал действия события, иначе оно не будет выполнено.



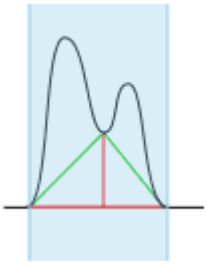
Горизонталь вперед на интервале, мин

Проводится горизонтальная линия из начала пика до пересечения с хроматограммой или базовой линией. В качестве параметров события задается время начала и окончания интервала. Исходный пик должен целиком попадать в интервал действия события, иначе оно не будет выполнено.



Слившиеся пики на интервале, мин

Все пики на данном интервале будут размечены, как слившиеся, т.е. с вертикалью между точками их начала и конца. В качестве параметров события задается время начала и окончания интервала.



Долина к долине на интервале, мин

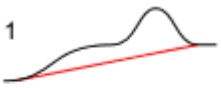
Все пики, даже физически слившиеся будут размечены, как отдельно стоящие. В качестве параметров события задается время начала и окончания интервала.

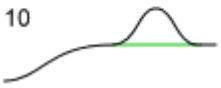




Ширина, с

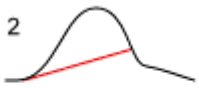
Задание ожидаемой ширины пика в секундах. Если ширина слишком мала, программа может принять пик за дрейф нулевой линии. В этом случае разметка не будет выполнена.





Порог

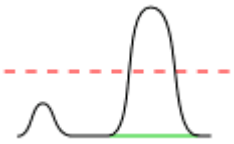
Критерий обнаружения начала пика. Если значение производной в каждой точке хроматограммы превысит уровень, установленный данным параметром, то считается, что в данной точке начался пик.





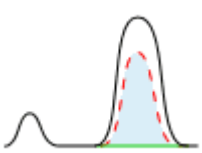
Асимметрия

Отношение порога на заднем склоне пика к порогу на переднем склоне. Порог значимости для заднего склона пика может быть установлен отличающимся от порога для переднего склона. Отношение этих порогов и задается данным параметром. Если указанный параметр равен 0,7 (рекомендуемое значение), то это означает, что порог на заднем склоне пика составляет 0,7 от величины порога на переднем склоне пика.



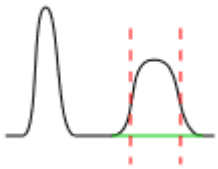
Мин. высота, мВ

Минимально допустимая высота детектируемого пика. Подавление пиков с высотой, значение которой меньше заданного. При этом значение параметра, равное 0, означает, что подавление пиков выключено.



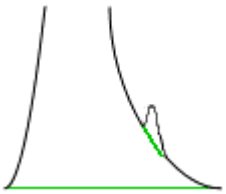
Мин. площадь, мВ*с

Минимально допустимая площадь детектируемого пика. При детектировании пиков имеется возможность подавлять пики, площадь которых меньше заданной. При этом значение параметра, равное 0, означает, что подавление пиков выключено.



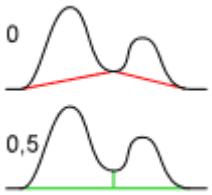
Мин. ширина, с

Пики, ширина которых меньше заданного значения, не размечаются.



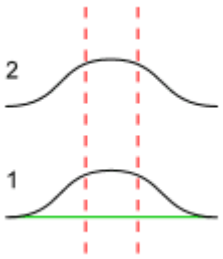
Наездник

Параметр, служащий для идентификации пика как наездника, отделяемого от основного пика тангенциальным спуском. Значение данного параметра указывает, во сколько раз второй пик должен быть меньше первого, чтобы стать наездником. При значении параметра, равном 0, пики-наездники не определяется. Рекомендуемое значение данного параметра равно 0, но если все же имеется необходимость детектирования пиков-наездников, можно установить значение параметра в пределах от 5 до 10.



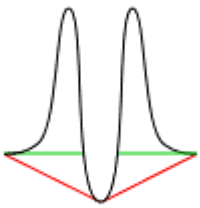
База в долях ширины

Минимальная ширина плато на спуске пика, достаточная для завершения пика и идентификации базовой линии. Единицей измерения является текущее значение параметра Ширина. Окончание пика определяется по уменьшению производной ниже порога и если уровень производной остается низким в течение периода времени превышающего значение параметра База, то пик считается вышедшим на базовую линию. В противном случае будут зарегистрированы слившиеся пики. Рекомендуемое значение параметра равно 0,1, при значении равном 0 все пики будут размечены, как отдельно стоящие.



Плато в долях ширины

Максимальная ширина плато на вершине пика. Единицей измерения является текущее значение параметра "Ширина". Вблизи вершины пика производная становится ниже порога и может быть на этом уровне в течение времени, задаваемого параметром "Плато". Если соответствующий промежуток времени больше, то особенность на хроматограмме интерпретируется не как пик, а как подъем базовой линии на новый уровень. Рекомендуемое значение параметра равно 2.



Сквозная база на интервале, мин

Для всех пиков на данном интервале проводится общая базовая линия. Хроматограмму она пересекает без огибания "провалов", если таковые встречаются. Данное событие используется совместно с событием Слившиеся пики на интервале. Желательно, чтобы интервалы обоих событий совпадали.

В случае изменения времен удерживания пиков, события интегрирования могут выполняться некорректно. Для того, чтобы границы событий смещались на те же интервалы, на которые произошло смещение времен удерживания, удобно создать опорные пики, по положению которых программа будет определять на какую величину следует сдвинуть границы событий.

Опорный пик при этом рекомендуется выбрать из числа тех, что расположены ближе к концу хроматограммы.

Задание опорных пиков описано в разделе Правила идентификации компонентов.

- Для добавления нового события нажмите на кнопку **[+]** слева от таблицы событий интегрирования.

- Щелчком по ячейке **Тип события**, откройте список доступных.
- Выберите событие.
- С помощью мыши отрегулируйте границы интервала, на котором будет выполняться данное событие.

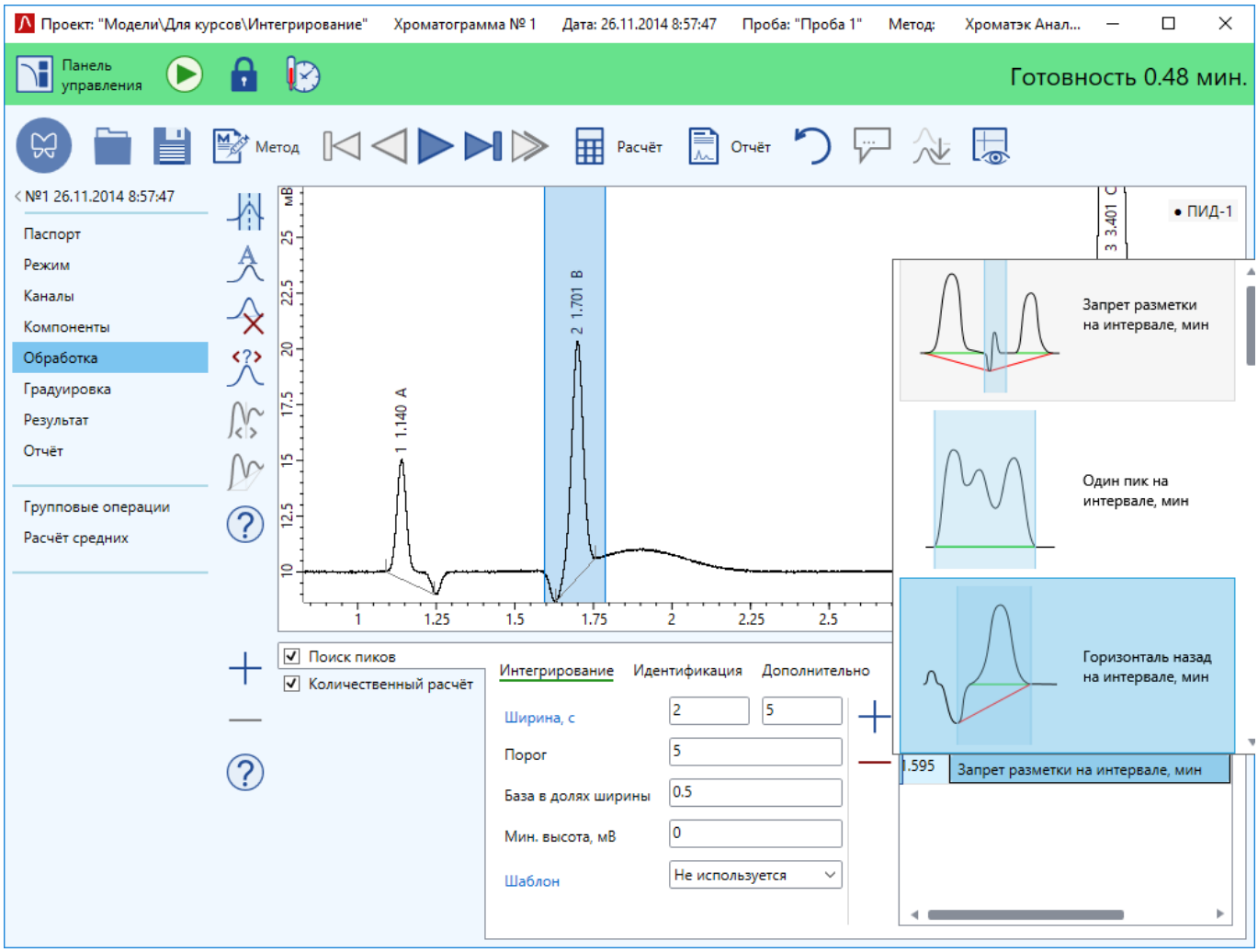


Рисунок 4.69 – Параметры поиска пиков. Интегрирование. Добавление события интегрирования

4.5.3.2 Разметка по шаблону

В некоторых случаях удобно использовать разметку по шаблону.

Если пик был скорректирован вручную, программа запоминает новое положение границ пика и в дальнейшем может принудительно ставить разметку в указанных точках.

Чтобы увидеть сохраненные значения точек начала и окончания пиков отобразите в таблице **Компоненты** скрытые столбцы **Границы пиков**.

Для того чтобы использовать сохраненный шаблон, выберите из списка вариант его применения:

Коррекция пиков – программа проводит предварительную автоматическую разметку, после чего границы пиков изменяются в соответствии с данными, сохраненными в шаблон. Предпочтительно использовать этот вариант.

Пересоздание пиков – программа не проводит предварительной автоматической разметки, а сразу расставляет начала и окончания пиков в соответствии с шаблоном.

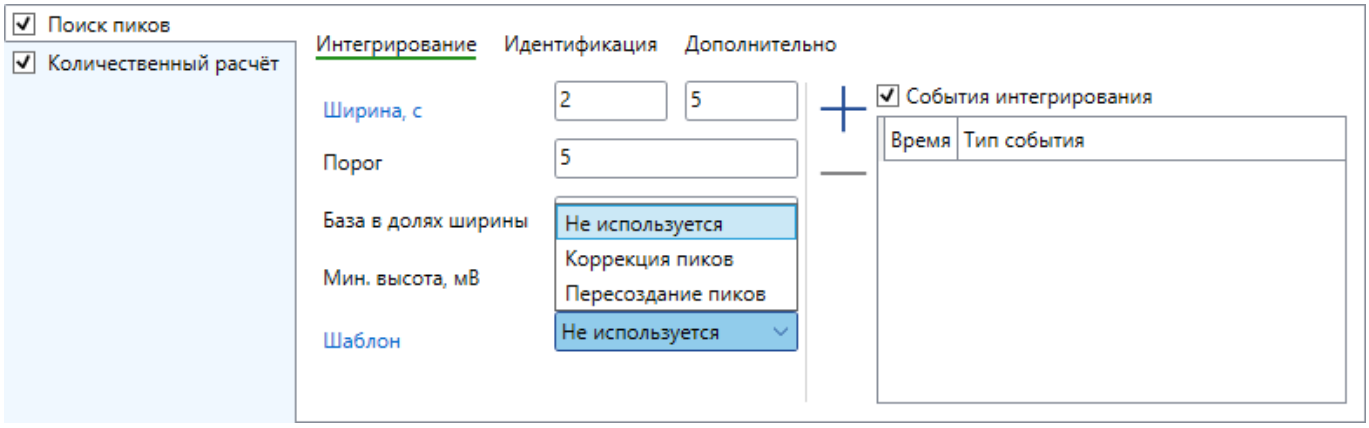


Рисунок 4.70 – Параметры поиска пиков. Интегрирование. Выбор типа шаблона

При выборе шаблона "Пересоздание пиков" будьте внимательны – если у какого-то пика не будут заданы две границы (начало и конец), программа не создаст для него разметку, а слившиеся с ним пики будет проинтегрированы некорректно.

4.5.3.3 Идентификация

Назначение идентификации – установка соответствия между заранее заданными компонентами и обнаруженными пиками на хроматограмме.

В диалоге **Поиск пиков** перейдите в раздел **Идентификация**.

Настройки диалога подходят для большинства задач, менять большую их часть нет необходимости.

Мертвое время колонки задается при идентификации компонентов по индексам удерживания. Значение мертвого времени выводится в "Панели управления" на закладке **Диагностика** для соответствующей колонки.

Опцию **Удалять неидентифицированные пики** нельзя включать при выполнении количественного расчёта методом процентной нормализации.

Если вы проводите идентификацию по индексам удерживания и для каких-либо компонентов отсутствуют точки пика (т.е. компонент в пробе отсутствует или не размечен), включите опцию **Учитывать опорные компоненты без пика**.

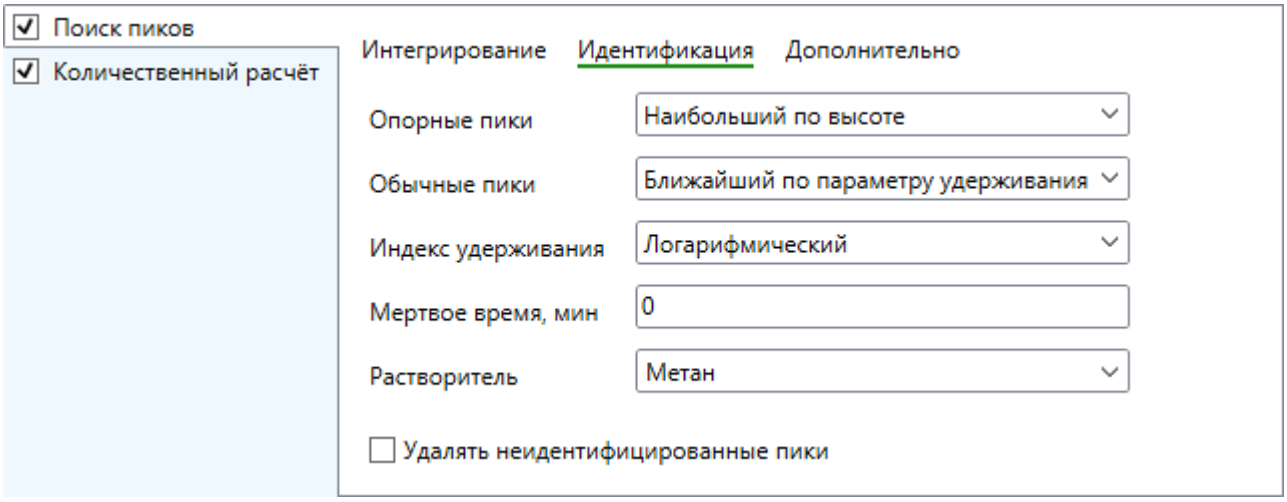


Рисунок 4.71 – Параметры поиска пиков. Идентификация

4.5.3.4 Растворитель

Бывают ситуации, когда "Хроматэк Аналитик" не может надёжно идентифицировать растворитель.

Например, имеем такую хроматограмму:

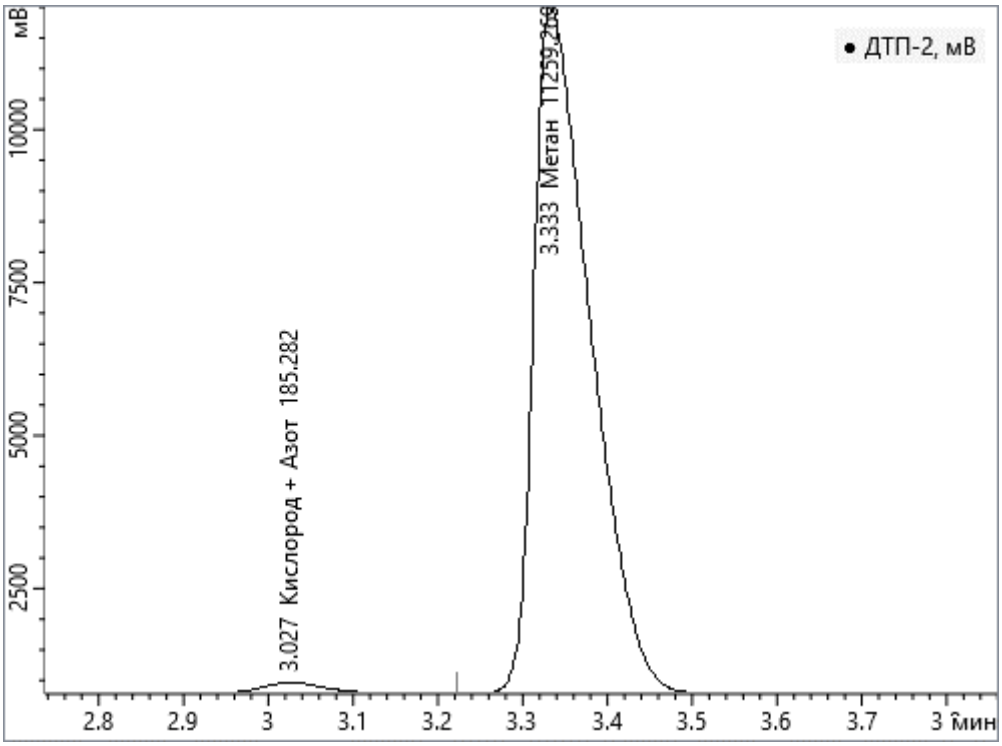


Рисунок 4.72 – Идентификация растворителя. Правильно

В хроматограф введена проба газа. Высота пика метана 11259 мВ. Пики идентифицированы правильно.

В следующем анализе вводим пробу из другой дозирующей петли крана, объёмом в 5 раз больше. Высота пика метана 5863 мВ. Он имеет большую асимметрию, и вершина сильно сместилась вперёд. Пик идентифицирован неправильно, ему присвоено название первого пика.

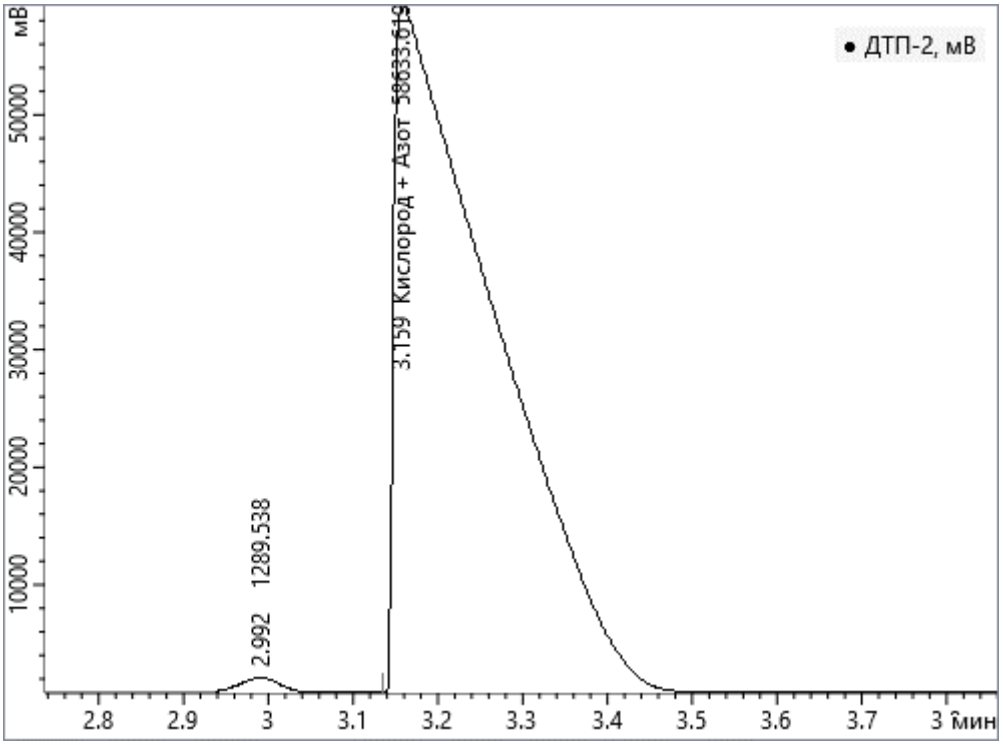


Рисунок 4.73 – Идентификация растворителя. Не правильно

Чтобы устранить эту проблему потребуется подбор окон идентификации и ожидаемых времён удерживания. В дальнейшем возможно эти настройки придётся корректировать.

Для упрощения настройки в подобной ситуации, в "Хроматэк Аналитик", начиная с версии 3.1.2006.18 реализован предварительный поиск растворителя.

Чтобы его использовать, перейдите в диалог **Обработка / Поиск пиков / Идентификация**.

В выпадающем списке **Растворитель** выберите имя компонента-растворителя. Выполните расчёт.

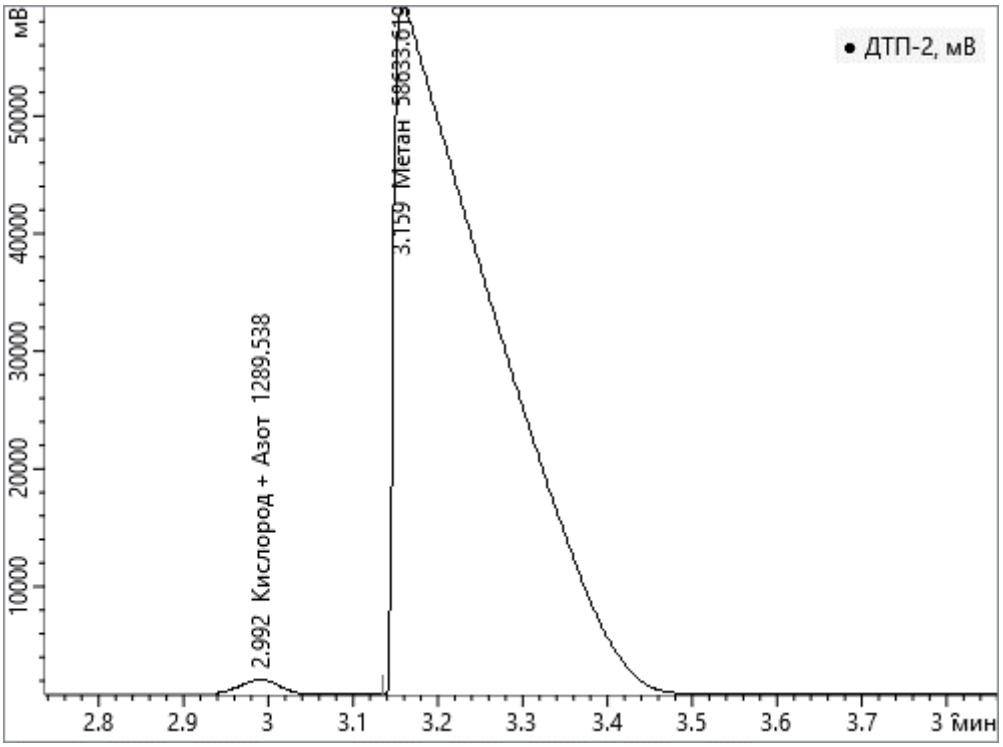


Рисунок 4.74 – Идентификация растворителя. Правильно

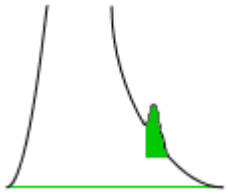
4.5.3.5 Ионное подтверждение

Если хроматограмма построена из данных, полученных на МСД, то при идентификации компонента можно использовать подтверждение с помощью ионного соотношения. Подробно об этом см. раздел правила идентификации компонентов Правила идентификации компонентов.

После настройки интегрирования и идентификации выполните расчёт.

4.5.3.6 Дополнительные настройки поиска пиков

На закладке **Дополнительно** расположены следующие настройки поиска:



Корректировка пиков-наездников. Включение этой опции **вычисляет площадь** пиков-наездников, как показано на рисунке ниже. При этом графически разметка пиков не меняется.

Корректировка площадей в канале. Опция предназначена для проведения линеаризации ПФД. Для выполнения линеаризации нужно в выпадающем списке выбрать "ПФД". Допускается ввести имя любого другого канала.

Название канала нужно указывать без номера – не "ПФД-1", а "ПФД". При наличии в хроматографе двух ПФД они оба будут линеаризованы.

Теперь при работе с ПФД можно использовать для градуировки линейную функцию.

4.5.4 Настройка количественного расчёта

Назначение операции – расчёт концентраций компонентов и процентных соотношений.

Перейдите на закладку **Обработка**.

Выберите в списке операцию **Количественный расчёт**.

Выберите метод расчёта:

- **Абсолютная градуировка (Внешний стандарт)**. Вычисляется градуировочная функция для всех компонентов, у которых известна концентрация. Для остальных компонентов используются относительные коэффициенты чувствительности, указывается стандарт.
- **Внутренний стандарт**. Может применяться без градуировки или с градуировкой.
- **Внутренний стандарт с эффективным объёмом**. Применяется только с градуировкой.
- **Без градуировки**. Применяется для процентной и внутренней нормализации. Градуировочные функции не вычисляются. Для всех компонентов задаются относительные коэффициенты. Если они неизвестны, то задается 1.

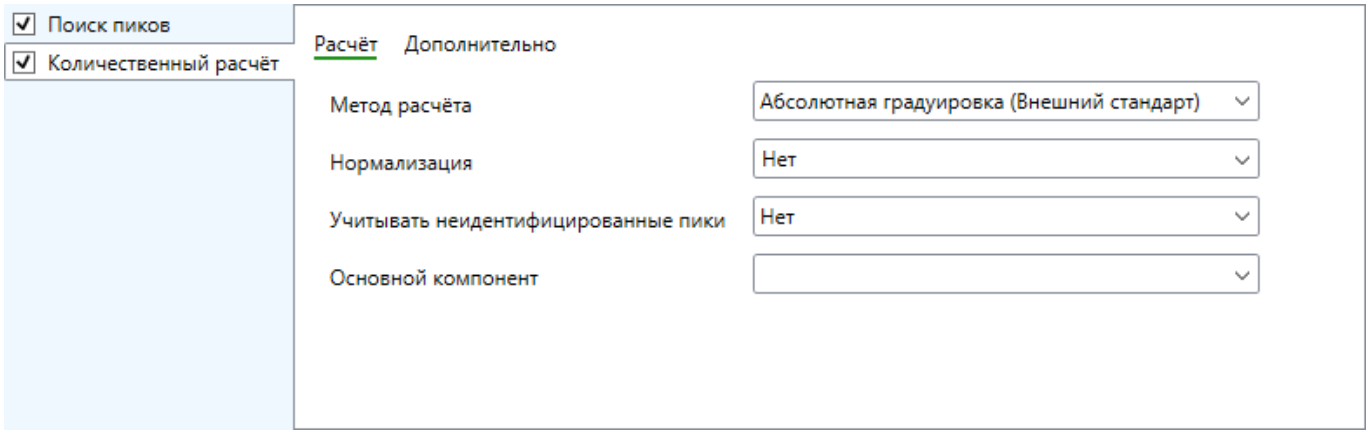


Рисунок 4.75 – Параметры количественного расчёта

4.5.4.1 Нормализация результатов

Если вы хотите после выполнения расчёта нормализовать результат, укажите вариант **нормализации**:

- Нет.
- 1.
- 100.

Можно задать и другое значение нормализации.

Внутренняя и процентная нормализация в данном диалоге настраиваются одинаково. Различаются они наличием относительных коэффициентов чувствительности в поле **Функция** таблицы компонентов для случая внутренней нормализации. Для процентной нормализации относительные коэффициенты можно не задавать.

Для методов с градуировкой нормализация может быть включена опционально, для методов без градуировки она включена всегда.

Если вы проводите процентную нормализацию и на хроматограмме присутствуют неидентифицированные пики, то в списке **Учитывать неидентифицированные пики** выберите значение – **Площадь**.

При использовании поправочных коэффициентов чувствительности для **идентифицированных** пиков, учёт неидентифицированных следует использовать с осторожностью. Результат такого расчёта может быть некорректен.

4.5.4.2 Расчёт концентрации основного вещества

Иногда в результате анализа необходимо представить процентный состав пробы, в которой рассчитаны концентрации примесей, а основное вещество вычислено по формуле:

$$C_0 = 100\% - \sum (C_p)$$

Чтобы программа выполнила такой расчёт, укажите название интересующего компонента в поле **Основной компонент**.

4.5.4.3 Дополнительные расчёты

На закладке **Дополнительно** приведены редко используемые параметры количественного расчёта.

Если вы будете проводить параллельные анализы неизвестной пробы, задайте способ **расчёта средней концентрации**:

- **Среднеарифметический** (средняя концентрация будет определена, как среднее арифметическое выбранных измерений).
- **Равноточный** (можно использовать, если **Объём пробы** во всех параллельных анализах строго одинаков).
- **Неравноточный** (необходимо применять, если **Объём пробы** в параллельных анализах меняется).

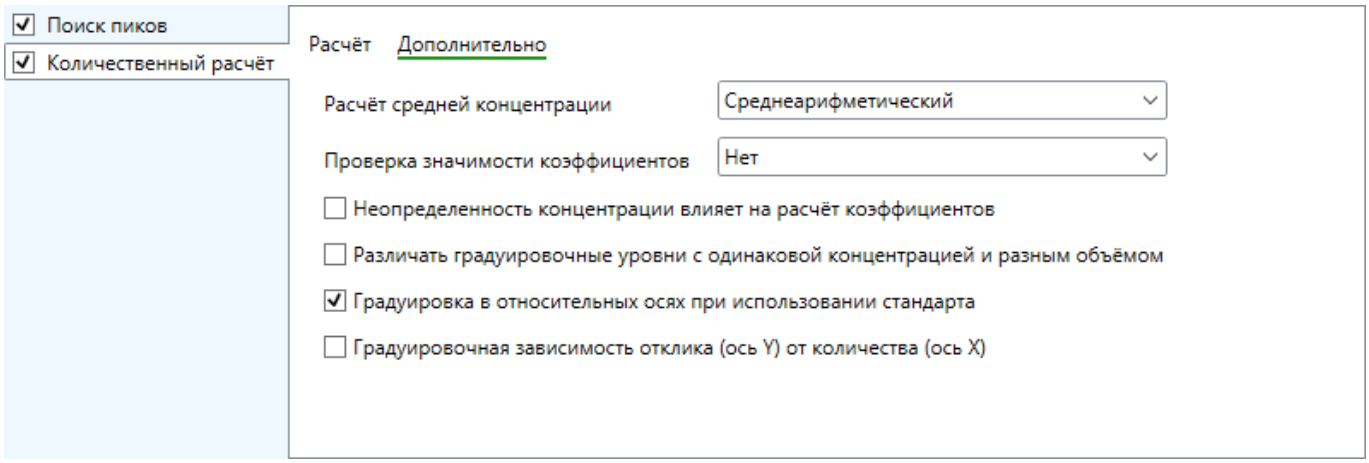


Рисунок 4.76 – Параметры количественного расчёта. Дополнительные расчёты

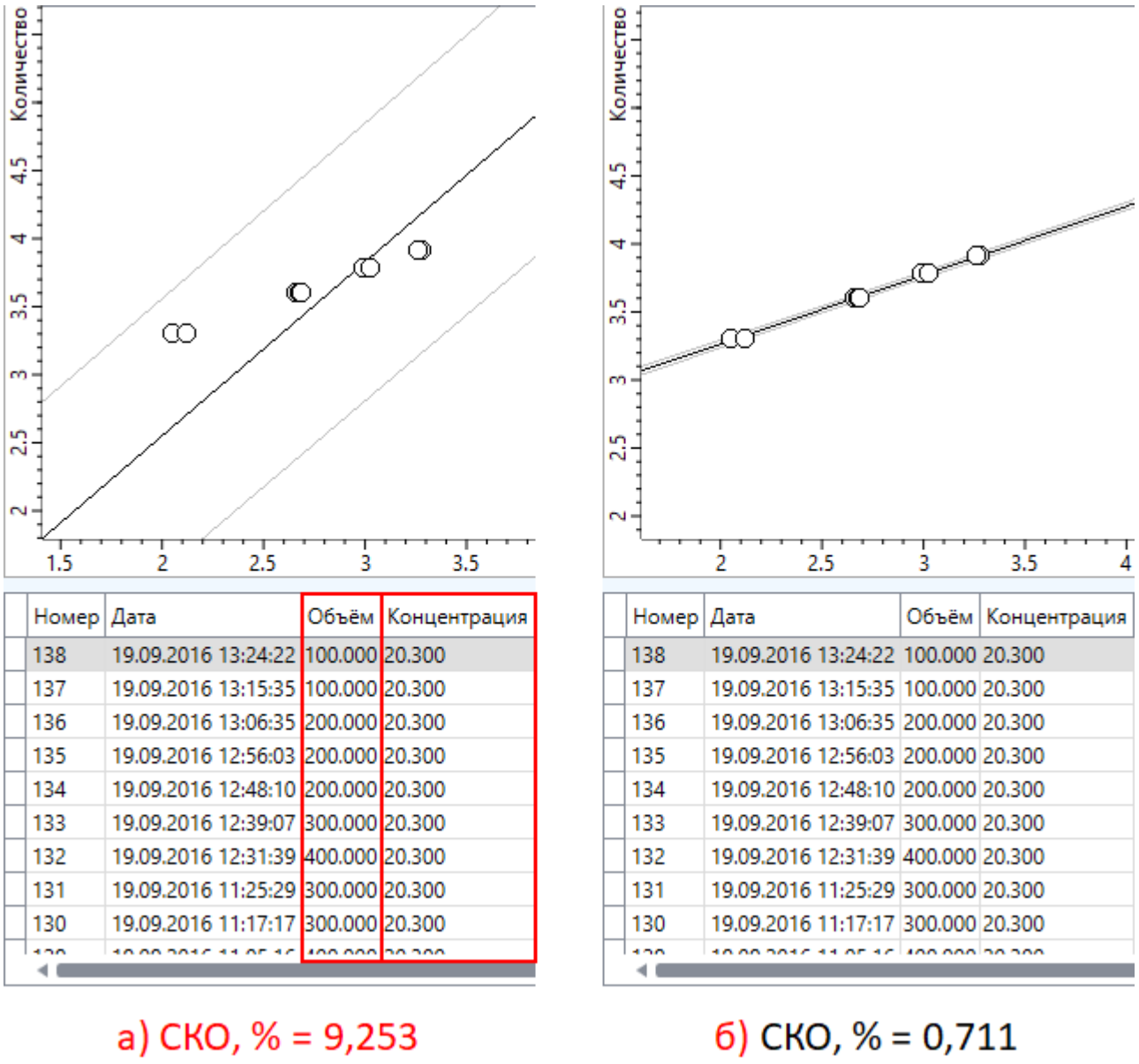
Для того, чтобы убедиться, что градуировочная функция выбрана правильно, выберите способ **проверки значимости коэффициентов**:

- Нет.
- Всегда.
- Граничные.

Если необходимо, включите опцию – **Неопределенность концентрации влияет на расчёт коэффициентов**.

Если необходимо, включите опцию – **Различать градуировочные уровни с одинаковой концентрацией и разным объёмом**. Результат включения данной опции показан на рисунке ниже.

В случае (**a**) "Хроматэк Аналитик" объединил все градуировочные точки в один уровень, а в случае (**b**) разделил их на четыре уровня.



Номер	Дата	Объём	Концентрация
138	19.09.2016 13:24:22	100.000	20.300
137	19.09.2016 13:15:35	100.000	20.300
136	19.09.2016 13:06:35	200.000	20.300
135	19.09.2016 12:56:03	200.000	20.300
134	19.09.2016 12:48:10	200.000	20.300
133	19.09.2016 12:39:07	300.000	20.300
132	19.09.2016 12:31:39	400.000	20.300
131	19.09.2016 11:25:29	300.000	20.300
130	19.09.2016 11:17:17	300.000	20.300

Номер	Дата	Объём	Концентрация
138	19.09.2016 13:24:22	100.000	20.300
137	19.09.2016 13:15:35	100.000	20.300
136	19.09.2016 13:06:35	200.000	20.300
135	19.09.2016 12:56:03	200.000	20.300
134	19.09.2016 12:48:10	200.000	20.300
133	19.09.2016 12:39:07	300.000	20.300
132	19.09.2016 12:31:39	400.000	20.300
131	19.09.2016 11:25:29	300.000	20.300
130	19.09.2016 11:17:17	300.000	20.300

а) СКО, % = 9,253

б) СКО, % = 0,711

Рисунок 4.77 – Опция "Различать градуировочные уровни с одинаковой концентрацией и разным объемом"
a) выключена, b) включена

Градуировка в относительных осях при использовании стандарта. Если эта опция включена, градуировочная функция для всех компонентов, кроме стандарта, принимает вид:

$$Q' = F(S')$$

Где:

$$Q' = \frac{Qi}{Q\text{ст}}$$

$$S' = \frac{Si}{S\text{ст}}$$

Qi и Si – количество и отклик i-го компонента.

Qст и Sст – количество и отклик стандарта.

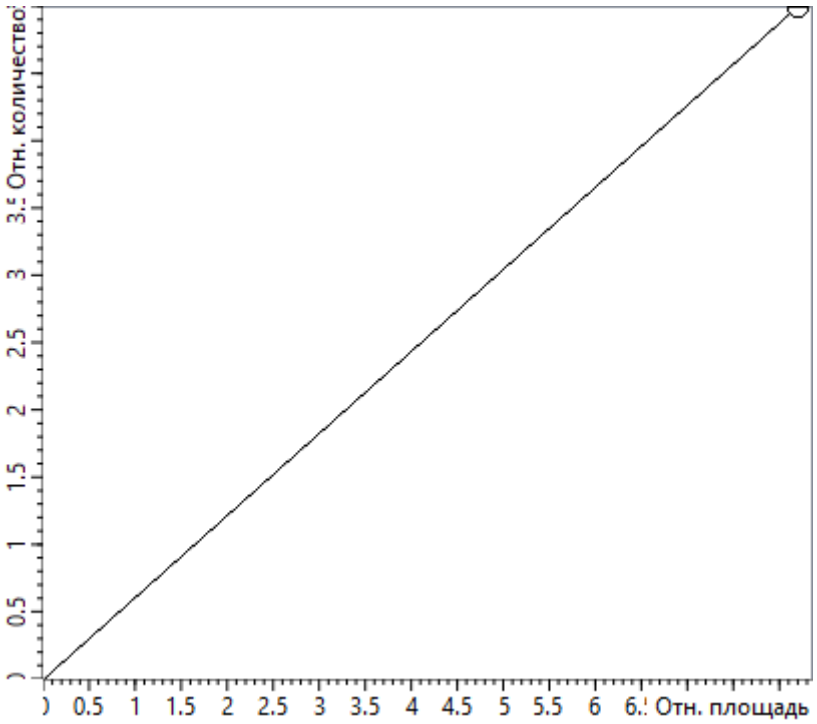


Рисунок 4.78 – Градуировка в относительных осях

Градуировка стандарта остаётся в абсолютных осях.

Данная опция может применяться, как для внутреннего, так и для внешнего стандартов.

Градуировочная зависимость отклика (ось Y) от количества вещества (ось X). В программе "Хроматэк Аналитик" по умолчанию эта опция выключена и применяется обратная зависимость – количество от отклика. Это сделано для удобства восприятия. Дело в том, что при проведении анализов известной величиной, которую удобно рассматривать, как аргумент функции, является именно отклик, площадь пика. Если вам нужно использовать прямую зависимость отклика от количества вещества, включите эту опцию.

При необходимости добавьте в очередь операций обработки дополнительные расчёты.

После настройки параметров выполните расчёт.

4.5.5 Настройка таблицы компонентов

В "Хроматэк Аналитик 3.x" компоненты для размеченных пиков создаются автоматически. Если на хроматограмме обнаружено слишком много пиков (а интересующих компонентов гораздо меньше), то в таблице на закладке Компоненты появится слишком много ненужных записей.

Избавиться от лишних (пустых) записей можно двумя способами:

- Воспользоваться событиями интегрирования, чтобы удалить разметку ненужных пиков.
- Включить фильтр записей, чтобы скрыть компоненты без названия.

Количество компонентов, которые могут быть добавлены в таблицу – не ограничено.

4.5.5.1 Задание концентраций

При настройке таблицы компонентов для стандартного образца (при проведении градуировки) введите концентрации компонентов.

Иногда требуется ввести входные данные с указанием погрешности (например, в анализе природного газа при вводе концентраций компонентов стандартного образца требуется указать неопределенность).

- Для ввода погрешности в ячейке **Концентрация**, после ввода значения концентрации нажмите **ПРОБЕЛ**.
- После введенного числа появится символ ±.
- Введите значение погрешности (неопределенности).
- Нажмите **ENTER**.

В результате запись приобретает следующий вид: 21.400 ± 2.1.

4.5.5.2 Одинаковые данные в ячейках

Иногда при настройке таблицы компонентов требуется в несколько ячеек (чаще – во все строки) требуется внести одно и то же значение. Например, для всех компонентов нужно указать одну и ту же единицу концентрации.

Концентрация	Ед. измерения
21.400 ± 2.100	
21.600 ± 2.100	
20.400 ± 2.000	
20.500 ± 2.200	

Требуется задать одну и ту же единицу концентрации у четырех компонентов.

Концентрация	Ед. измерения
21.400 ± 2.100	
21.600 ± 2.100	
20.400 ± 2.000	
20.500 ± 2.200	

Выделите строки, удерживая нажатой клавишу **SHIFT**.

Концентрация	Ед. измерения
21.400 ± 2.100	
21.600 ± 2.100	
20.400 ± 2.000	
20.500 ± 2.200	мг/м3

Не снимая выделения, в последней ячейке (которая осталась активной) введите требуемое значение.

Концентрация	Ед. измерения
21.400 ± 2.100	мг/м3
21.600 ± 2.100	мг/м3
20.400 ± 2.000	мг/м3
20.500 ± 2.200	мг/м3

Нажмите **ENTER**.

После настройки таблицы компонентов выполните расчёт.

4.5.5.3 Выбор функции

Для выполнения количественного расчёта у каждого компонента должна быть указана функция. Тип функции определяется особенностями методики анализа.

Для выбора функции откройте список в соответствующей ячейке.

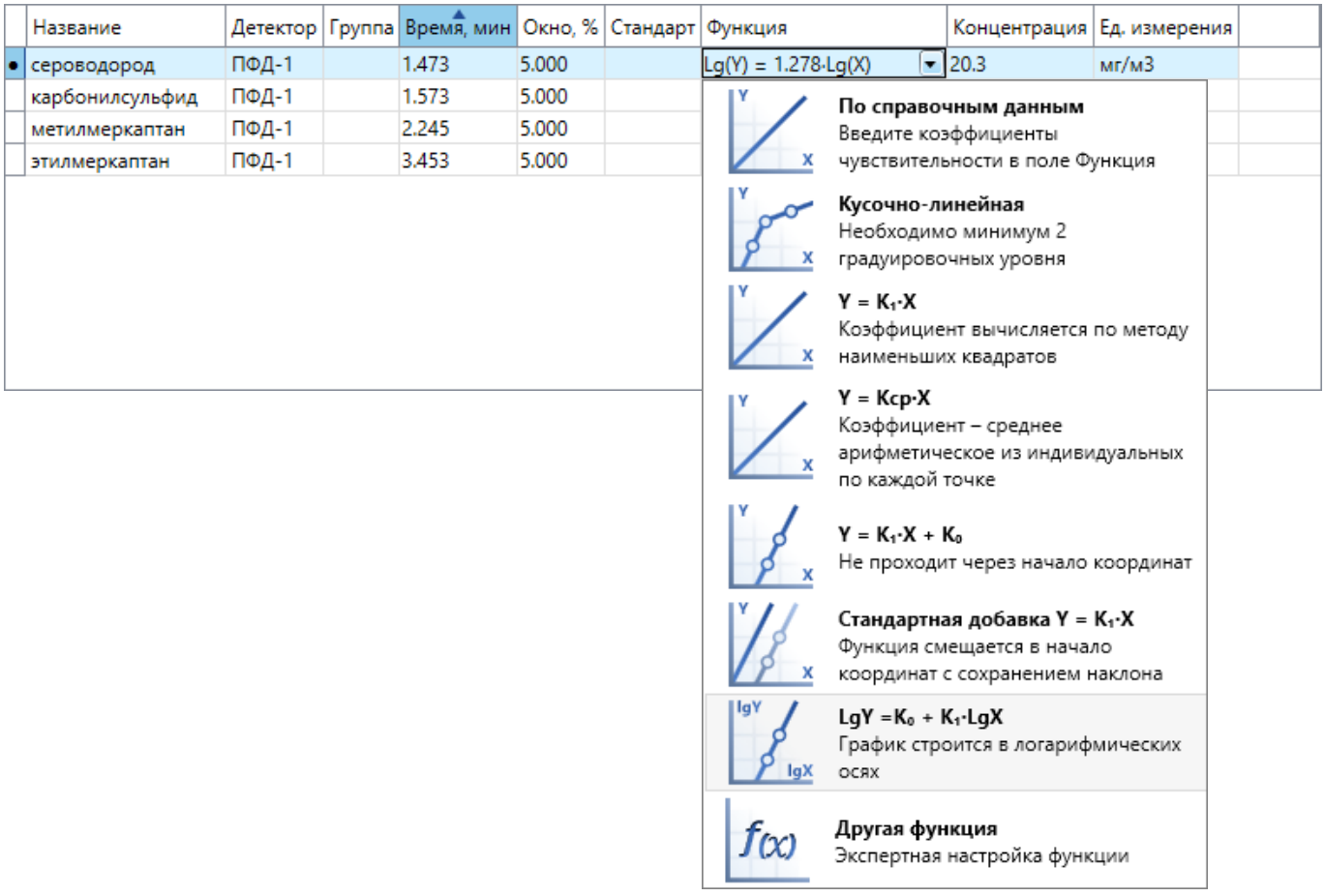


Рисунок 4.79 – Выбор функции

Таблица 4.1 – Градуировочные функции

Функция	**Описание**
По справочным данным	Следует выбрать данную функцию, когда градуировка компонента не проводится, а градуировочный коэффициент вводится из справочных данных, приведенных в методике. Применяется для анализов методами внутренней нормализации, внешним и внутренним стандартом.
Кусочно-линейная	Функция используется для построения ломаной градуировочной кривой при многоточечной градуировке. Применяется, когда прочие функции не обеспечивают необходимую точность градуировки.
$Y = K_1 X$	Линейная функция. Используется по умолчанию в большинстве анализов. Коэффициент K_1 вычисляется по методу наименьших квадратов.
$Y = K_{1\text{ср}} X$	Линейная функция, похожая на предыдущую. Отличается способом вычисления K_1. Здесь он определяется, как среднее арифметическое среди всех коэффициентов, индивидуально вычисленных для каждой точки.
$Y = K_1 X + K_0$	Линейная функция, не проходящая через ноль.
$LgY = K_1 LgX + K_0$	Логарифмическая функция. Используется при работе с детектором ПФД-S (серный канал).
Стандартная добавка	Данная функция применяется для учета неизвестного содержания градуируемого компонента в растворителе. Используется только для линейной зависимости между откликом детектора и количеством компонента в пробе. Подробнее см. раздел Градуировка.

Если ни одна из функций в этом списке не подходит для данной методики (например, требуется квадратичная функция), выберите настройку – **Другая функция**.

- Если для компонента градуировка не проводится, выберите для него функцию **по справочным данным**.
- Вместо "1" введите в эти ячейки значения поправочных коэффициентов, приведенных в методике (относительные коэффициенты чувствительности).

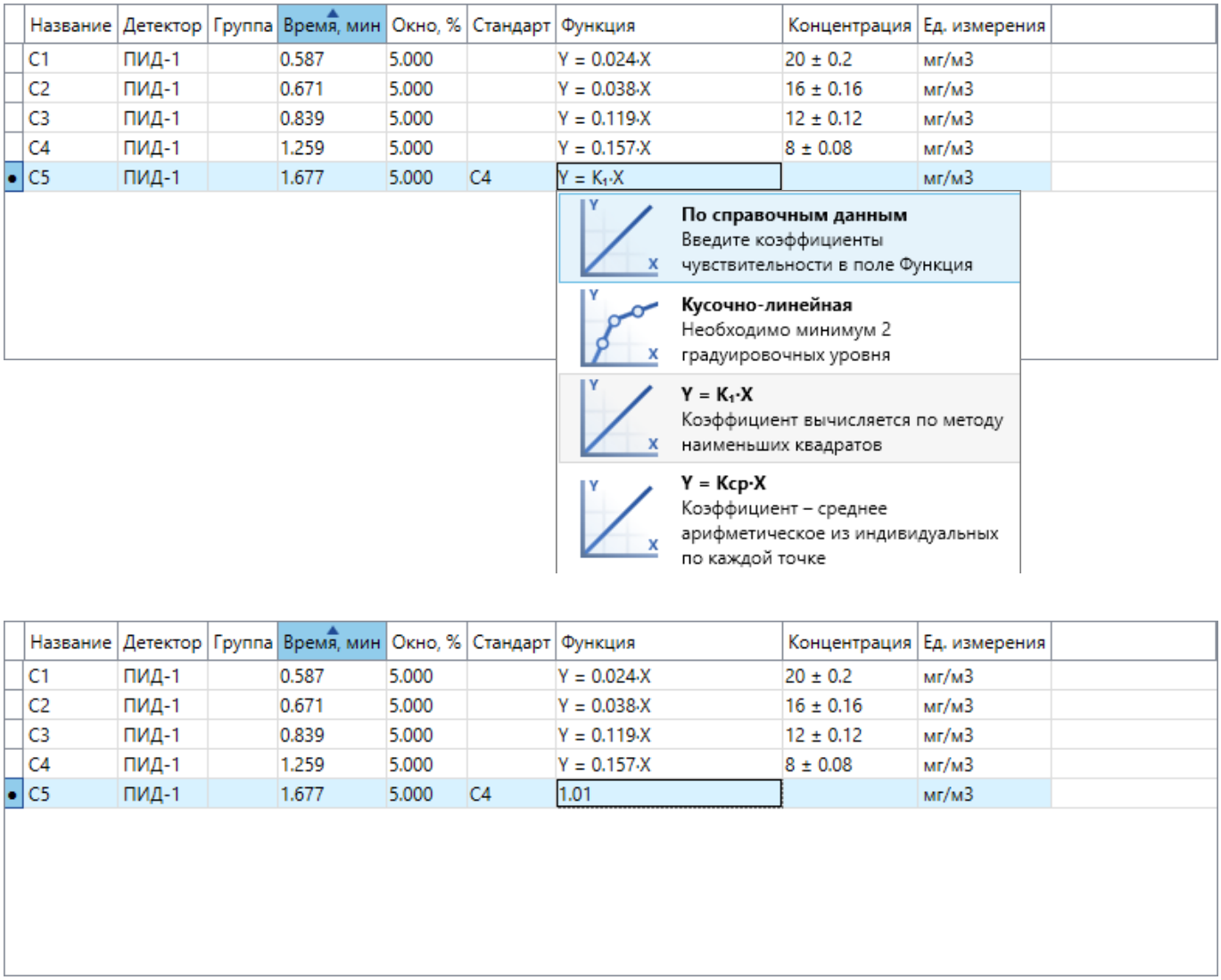


Рисунок 4.80 – Выбор функции по справочным данным

4.5.5.4 Абсолютная градуировка и внешний стандарт

Абсолютная градуировка и внешний стандарт по сути – одно и то же. Отличаются эти методы тем, что в случае, когда не для всех компонентов пробы можно провести абсолютную градуировку, для них используются относительные коэффициенты чувствительности со ссылкой на стандарт.

В параметрах количественного расчёта должен быть выбран метод расчёта – **Абсолютная градуировка (Внешний стандарт)**.

- Для всех компонентов, у которых известна концентрация в градуировочной смеси, выберите функцию.
- Задайте известные концентрации.
- Для компонентов, у которых концентрации неизвестны, укажите стандарт (близкий по физическим свойствам компонент с известной концентрацией). У самого стандарта соответствующая ячейка остается пустой.
- Для компонентов, у которых концентрации неизвестны, выберите функцию по справочным данным и введите относительный коэффициент чувствительности (должен быть указан в методике).

Допустимо использование сразу нескольких стандартов.

	Название	Детектор	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
	C1	ПИД-1		0.587	5.000		Y = 0.024·X	20 ± 0.2	мг/м3
	C2	ПИД-1		0.671	5.000		Y = 0.038·X	16 ± 0.16	мг/м3
	C3	ПИД-1		0.839	5.000		Y = 0.119·X	12 ± 0.12	мг/м3
	C4	ПИД-1		1.259	5.000		Y = 0.157·X	8 ± 0.08	мг/м3
•	C5	ПИД-1		1.677	5.000	C4	1.01		мг/м3

Рисунок 4.81 – Настройки компонентов для абсолютной градуировки и внешнего стандарта

4.5.5.5 Внутренний стандарт без градуировки

Для использования метода внутреннего стандарта без градуировки у всех интересующих компонентов должны быть известны **относительные коэффициенты чувствительности**.

В параметрах количественного расчёта метод расчёта должен быть – **Внутренний стандарт**.

Назначение хроматограммы – **Анализ** или **Контрольный образец**.

- Для всех компонентов выберите функцию по справочным данным. Задайте известные относительные коэффициенты чувствительности. Поскольку коэффициенты вычислены относительно стандарта, в его ячейке **Функция** задается **1**.
- Задайте концентрацию стандарта.
- Для остальных компонентов укажите стандарт. У самого стандарта соответствующая ячейка остается пустой.

Данный метод применим только при линейной зависимости отклика от концентрации.

	Название	Детектор	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
•	C1	ПИД-1		0.587	5.000	Вн. стандарт	0.95		мг/м3
	C2	ПИД-1		0.671	5.000	Вн. стандарт	0.9		мг/м3
	C3	ПИД-1		0.839	5.000	Вн. стандарт	1.05		мг/м3
	Вн. стандарт	ПИД-1		1.259	5.000		1	10	мг/м3

Рисунок 4.82 – Настройки компонентов для внутреннего стандарта без градуировки

4.5.5.6 Внутренний стандарт с градуировкой

Для использования метода внутреннего стандарта с градуировкой у всех интересующих компонентов должны быть известны концентрации в градуировочной смеси.

Метод применяется в случае нелинейной зависимости отклика от концентрации или при проведении анализов, в которых сложно обеспечить сходимость результатов из-за особенностей ввода пробы (например, при вводе вязких жидкостей).

В параметрах количественного расчёта метод расчёта должен быть – **Внутренний стандарт** или Внутренний стандарт с эффективным объёмом.

Назначение хроматограммы – **Градуировка**.

- Для всех компонентов выберите функцию.
- Задайте известные концентрации.
- Для всех кроме стандарта в соответствующей ячейке укажите стандарт. У самого стандарта данная ячейка остается пустой.

	Название	Детектор	Группа	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
•	C1	ПИД-1		0.587	5.000		Y = 0.024·X	10	мг/м3
	C2	ПИД-1		0.671	5.000	C1	Y = 0.038·X	8	мг/м3
	C3	ПИД-1		0.839	5.000	C1	Y = 0.119·X	6	мг/м3
	C4	ПИД-1		1.259	5.000	C1	Y = 0.160·X	4	мг/м3

Рисунок 4.83 – Настройки для внутреннего стандарта с градуировкой

4.5.5.7 Нормализация

Нормализация может проводиться, как отдельный метод расчёта или как дополнительная корректировка расчёта, выполняемая после расчёта внешним или внутренним стандартом.

При расчёте с нормализацией могут учитываться неидентифицированные пики.

Если проводится **нормализация без градуировки**, у всех компонентов должна быть выбрана **функция по справочным данным** и заданы относительные коэффициенты чувствительности (если коэффициент неизвестен, в ячейке **Функция** задается "1").

Больше никаких настроек в таблице **Компоненты** не требуется.

4.5.5.8 Нормализация нескольких каналов. Сшивка каналов

Сшивка каналов применяется в расчёте методом внутренней нормализации, если хроматограмма содержит два и более каналов (детекторов).

Сшивка позволяет суммировать площади пиков с разных каналов, обладающих различной чувствительностью.

Пример сшивки каналов:

Проба содержит компоненты A, B, C. На канале 1 детектируются компоненты A и B, а на канале 2 – A и C. Необходимо вычислить концентрации всех трех компонентов.

Оба канала имеют общий компонент – A. При этом площадь пика A для них различна. Это вызвано тем, что чувствительность каналов никогда не бывает одинаковой.

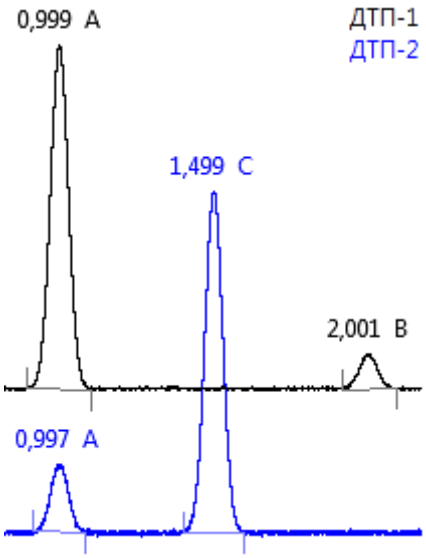


Рисунок 4.84 – Два канала с общим компонентом

Если выбрать канал 1 ведущим, для расчёта необходимо привести площадь (S) пика C к чувствительности канала 1:

$$S_{C'} = \frac{S_C S_{A1}}{S_{A2}}$$

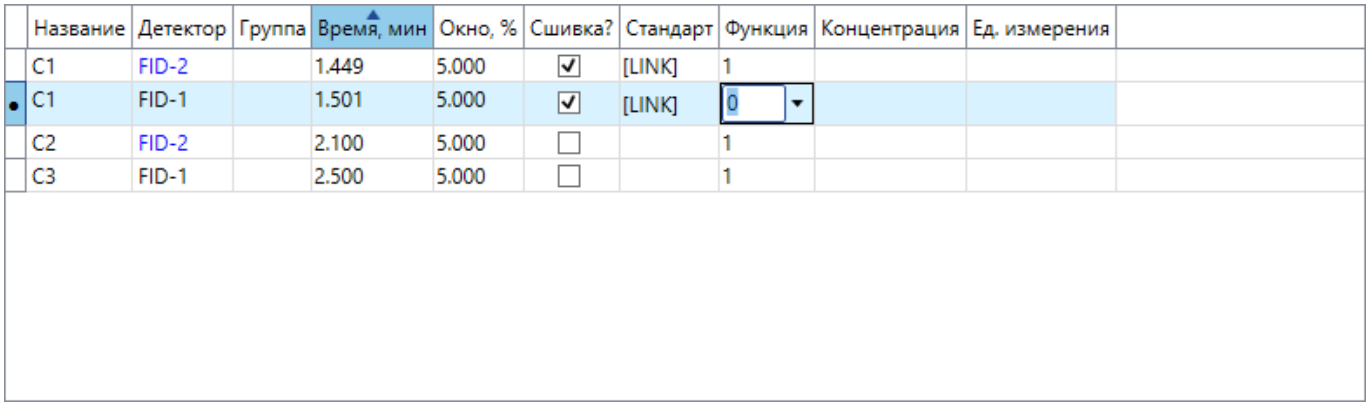
"Хроматэк Аналитик" выполняет такой расчёт автоматически. Оператор должен выполнить следующие настройки:

- На закладке **Компоненты** в столбце **Сшивка** поставьте галочки у компонентов, которые присутствуют на обоих каналах.
- В пробе только один компонент "A", поэтому и в расчёте он должен быть один. Чтобы программа не учитывала второй компонент с таким именем, поставьте для него в ячейке **Множитель** значение 0. От того, какой именно компонент "A" будет исключен из расчёта, результат не изменится.

В **результате** расчёта у одного из компонентов "A" концентрация будет равна нулю.

Сумма концентраций остальных компонентов будет равна 100%.

Столбцы **Сшивка** и **Множитель** по умолчанию в таблице отсутствуют. Для работы со сшивкой каналов их следует предварительно включить.



	Название	Детектор	Группа	Время, мин	Окно, %	Сшивка?	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
	C1	FID-2		1.449	5.000	☑	[LINK]	1		
•	C1	FID-1		1.501	5.000	☑	[LINK]	0		
	C2	FID-2		2.100	5.000	☐		1		
	C3	FID-1		2.500	5.000	☐		1		

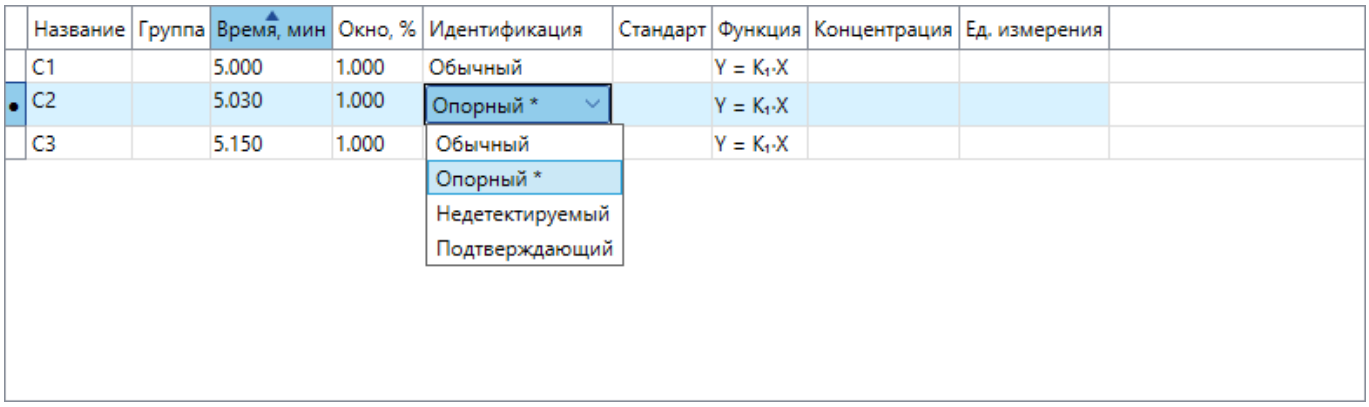
Рисунок 4.85 – Два канала с общим компонентом

4.5.5.9 Правила идентификации компонентов

Правила идентификации компонентов задаются в столбце **Идентификация**. По умолчанию он скрыт и перед началом работы необходимо его включить.

По способу идентификации компонент может быть **обычным**, **опорным**, **недетектируемым** или **подтверждающим**. По умолчанию все компоненты имеют признак – обычный.

Символ "*" в слове "Опорный *" служит для более наглядного выделения опорных пиков в таблице (поскольку "обычный" и "опорный" визуально плохо различимы в массиве строк).



	Название	Группа	Время, мин	Окно, %	Идентификация	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
	C1		5.000	1.000	Обычный		$Y = K_1 \cdot X$		
•	C2		5.030	1.000	Опорный *		$Y = K_1 \cdot X$		
	C3		5.150	1.000			$Y = K_1 \cdot X$		

Рисунок 4.86 – Настройка правил идентификации

Недетектируемый компонент – компонент, не элюируемый на хроматограмме анализируемой пробы, но искусственно учитываемый в количественном расчёте хроматографического анализа. Время удерживания недетектируемых компонентов устанавливают равным 0. Добавляют их в таблицу для того, чтобы задать величину концентрации (она должна быть заранее известна). Она может участвовать в общем расчёте.

Нажмите кнопку на боковой панели для добавления недетектируемого компонента.

- В таблице появится новая запись. Задайте название недетектируемого компонента.
- Задайте время, оно равно 0.

- В столбце Идентификация укажите тип – Недетектируемый.

Признак, **подтверждающий** применяется для идентификации на двух каналах.

4.5.5.10 Ионное подтверждение

Если хроматограмма построена из данных, полученных на МСД, то при идентификации компонента можно использовать подтверждение с помощью ионного отношения. Этот способ подтверждения не используется самостоятельно, а лишь как дополнение к идентификации по времени удерживания. При идентификации сравнивается ионное отношение компонента пробы с ионным отношением стандарта. В качестве ионного отношения используется отношение площадей пиков ионов.

Программа работает следующим образом:

- идентифицирует на хроматограмме пик по заданному времени удерживания и по заданным параметрам идентификации;
- определяет, какому компоненту из таблицы компонентов соответствует пик;
- вычисляет площади пиков подтверждающих ионов (эти ионы предварительно указываются в таблице компонентов);
- вычисляет отношение площадей в процентах;
- сравнивает полученные значения в процентах со значениями, указанными в таблице компонентов.

Если ионное отношение соответствует заданному, это значит, что идентификация пройдена успешно. В противном случае идентификация не проходит, и данный пик остаётся неидентифицированным. В этом случае ион, не прошедший подтверждение, будет подсвечен красным в таблице Компоненты.

Для задания подтверждающих ионов:



На закладке **Компоненты** нажмите кнопку **МСД-идентификация**. Эта кнопка видна только если хроматограмма содержит масс-спектрометрические данные (дополнительный файл *.MSDX).

В появившемся меню выберите необходимое количество ионов.

Для автоматизации процесса заполнения таблицы программа задаст вопрос "Получить значения масс для ионного подтверждения?". Если нажать "Да", то программа автоматически заполнит для каждого компонента значения масс и интенсивностей. Если выбрать "Нет", то необходимо будет заполнить таблицу вручную. Для этого:

- В столбцах **M/З 1**, **M/З 2**… введите значения масс характеристических ионов вещества (рекомендуется воспользоваться библиотекой спектров или данными, полученными при заколе стандарта), обычно используют наиболее интенсивные ионы в спектре.
- В столбцах **Интенсивность 1**, **Интенсивность 2**… введите значения интенсивностей для ионов, в %. Интенсивность задается с допуском. Чтобы ввести допуск, нажмите **ПРОБЕЛ**, появится символ ±. После него введите значение допуска. Например – **35 ± 5**.

Название	Детектор	Время, мин	Окно, %	Функция	Концентрация	Ед. измерения	m/z 1	Интенсивность 1	m/z 2	Интенсивность 2
Benzene, '	МСД-1.1	2.8700	2.0000	Y = K_1·X			105	100 ± 5	120	30 ± 5
Decane	МСД-1.1	3.2800	2.0000	Y = K_1·X			71	44 ± 5	85	30 ± 5
Undecane	МСД-1.1	3.8200	2.0000	Y = K_1·X			71	55 ± 5	85	34 ± 5
Dodecane	МСД-1.1	4.3400	2.0000	Y = K_1·X			71	70 ± 5	85	33 ± 5

Рисунок 4.87 – Настройка ионного подтверждения

Если задано нулевое значение массы иона, данное значение исключается из идентификации. Например, если таблица рассчитана на три иона, а для некоторых компонентов достаточно двух ионов, то для этих компонентов в оставшемся столбце можно задать 0.

Если одна и та же масса встречается в разных столбцах для одного и того же компонента, то будет выведено сообщение об ошибке, а компонент не пройдет идентификацию.

Если заданная масса находится вне диапазона сканирования, то будет выведено сообщение об ошибке, а компонент не пройдет идентификацию.

Не рекомендуется вводить для ионного подтверждения массы, присутствующие в растворителе или в фоне колонки, даже если они присутствуют в спектре компонента, т.к. они приводят к искажению ионного соотношения и мешают правильной идентификации.



Нажмите **Расчёт**.

Обратите внимание, в примере на рисунке ниже компонент "ОФН" не идентифицирован (хотя его реальное время удерживания попадает в окно компонента), поскольку для него не выполнено условие ионного подтверждения.

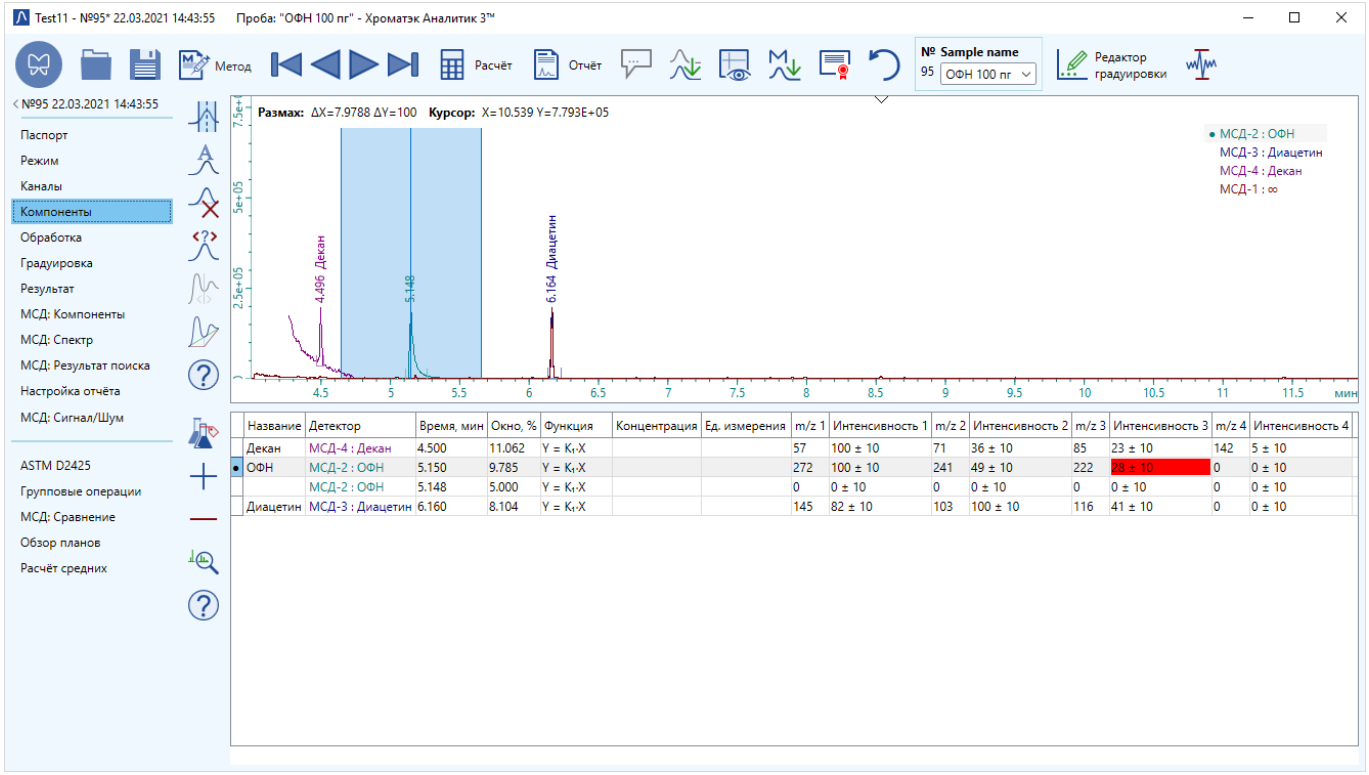


Рисунок 4.88 – Результат работы ионного подтверждения

4.5.5.11 МСД: Компоненты

Если используется ионное подтверждение при работе с МС-данными, то этим пунктом меню можно воспользоваться для просмотра и редактирования хроматограмм подтверждающих ионов. В левом верхнем углу хроматограммы выводится вычисленное ионное отношение.

В приведенном ниже примере из-за неправильной разметки пика иона 116 не пройдено ионное подтверждение компонента Диацетин. Красным подсвечен ион, у которого ионное отношение не соответствует заданному:

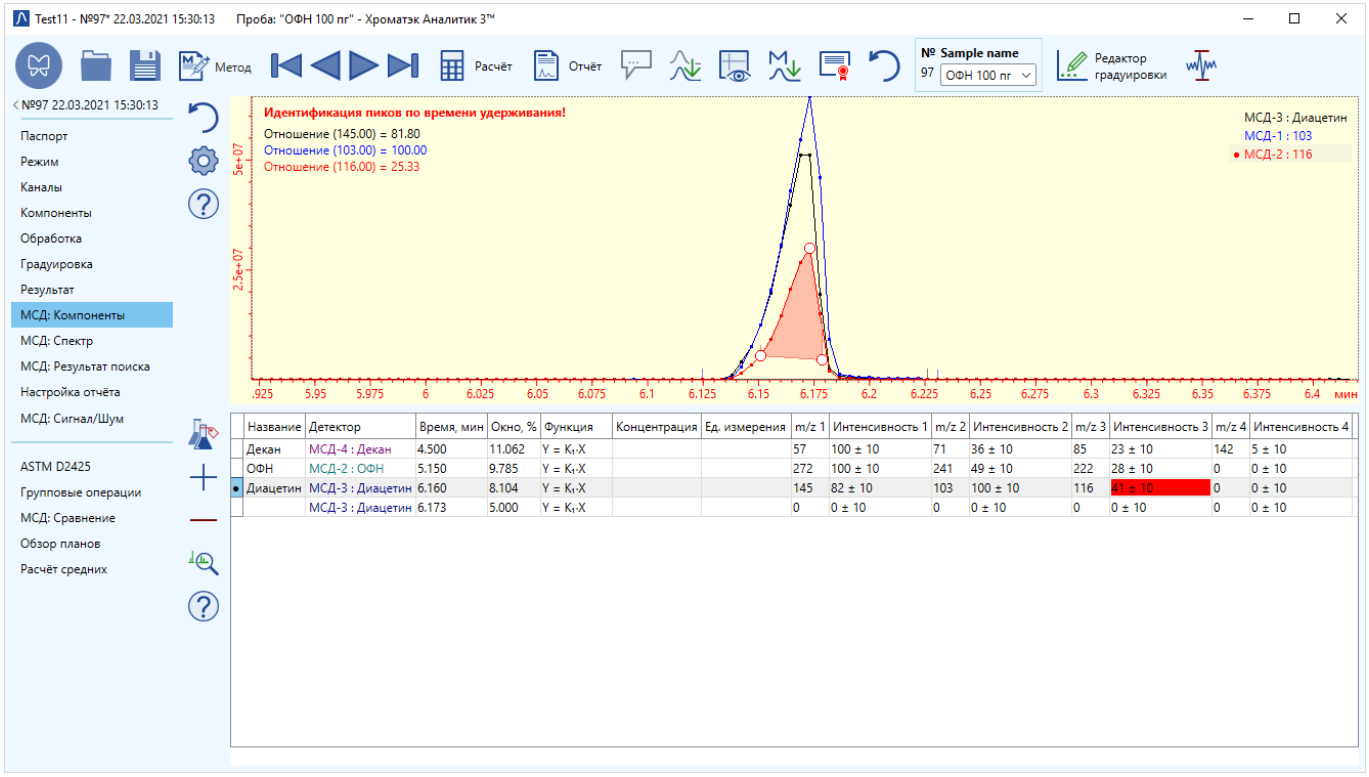


Рисунок 4.89 – Страница МСД: Компоненты

Если вручную скорректировать границы пика иона 116 и провести **Расчёт**, то ионное подтверждение будет пройдено и компонент Диацетин будет идентифицирован.

4.5.5.12 Поиск по компонентам

Когда компонентов очень много, вы можете быстро найти нужный, нажав комбинацию клавиш **CTRL + F**, или выбрав в контекстном меню таблицы команду **Поиск**. Поиск выполняется по названиям, группа и стандартам.

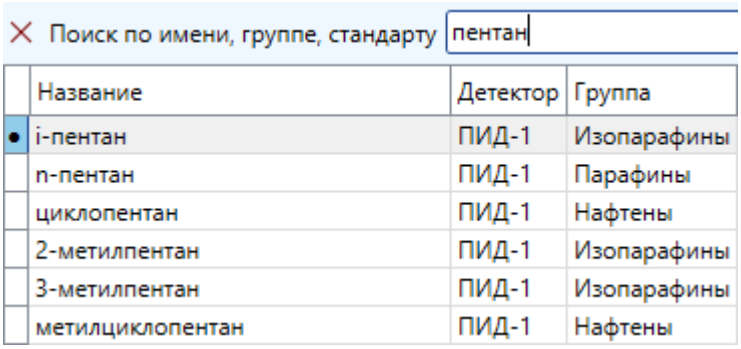


Рисунок 4.90 – Поиск в таблице компонентов

4.5.5.13 Сохранение стандартного образца

Если вы имеете несколько стандартных образцов (например баллонов с поверочной газовой смесью), вы можете создать несколько таблиц компонентов с разными концентрациями, сохранить их, как стандартные образцы и потом в любой момент загружать. Таким образом вам не нужно будет каждый раз при градуировке вводить концентрации вручную.

Для этого нужно воспользоваться кнопкой на боковой панели. По умолчанию она скрыта и её необходимо предварительно показать. После добавления кнопки, нажмите на неё

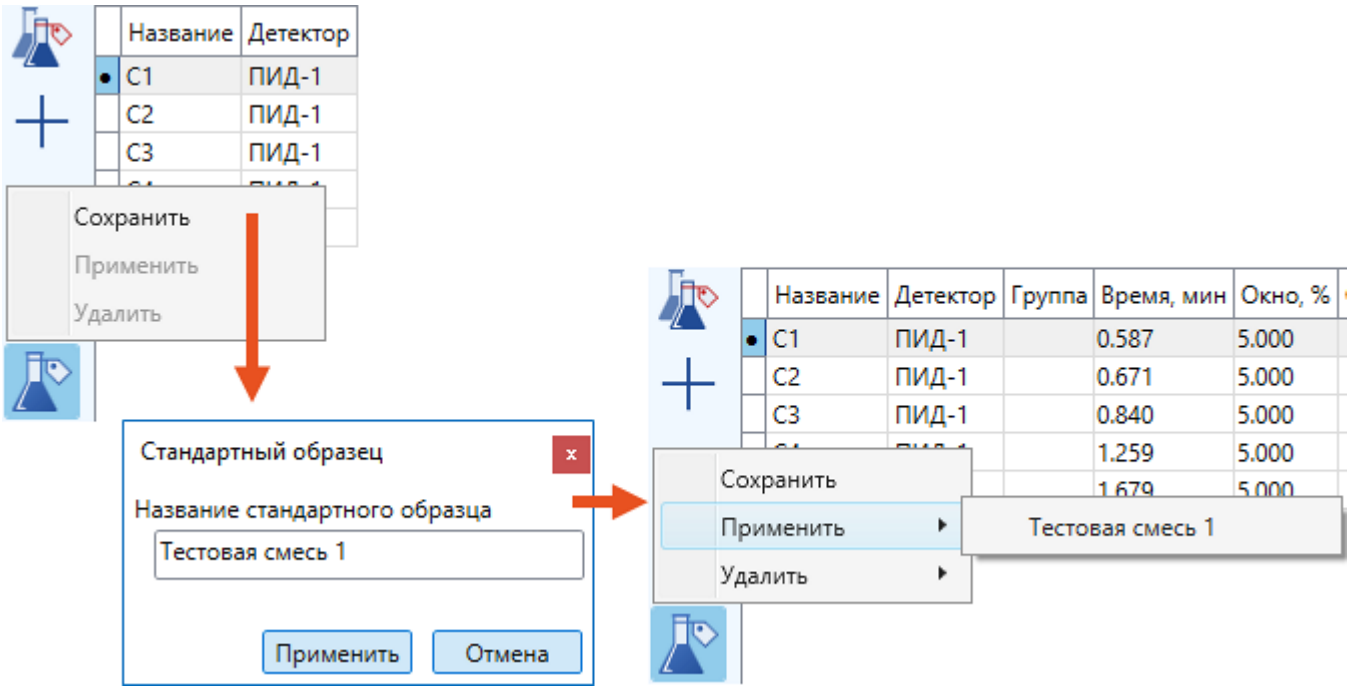


Рисунок 4.91 – Сохранение и выбор стандартного образца

4.5.6 Градуировка

Градуировка проводится с целью получения градуировочной зависимости, которая характеризует связь между величиной отклика детектора (площадь или высота пика) и количеством компонента в пробе.

Градуировка может быть, как одноуровневой, так и многоуровневой. Отличие последней заключается в том, что при её проведении в хроматограф вводятся стандартные образцы, имеющие разную концентрацию компонентов (может вводиться одна концентрация, но разный объём пробы). Многоуровневая градуировка используется в тех случаях, когда одноуровневая не обеспечивает необходимой точности определения в большом диапазоне концентраций компонентов. Для детекторов, имеющих нелинейную зависимость отклика от концентрации компонента, например, ПФД, корректно применять только многоуровневую градуировку.

Количество градуировочных уровней программно не ограничено.

Для построения градуировочной зависимости какого-либо компонента необходимо снять нужное количество хроматограмм и обработать их.

Для того, чтобы текущая хроматограмма участвовала в градуировке, в паспорте хроматограммы установите назначение хроматограммы – **Градуировка**.

Задайте известные концентрации компонентов.



Если вы проводите многоуровневую градуировку, удобно сразу задать концентрации компонентов для всех уровней. Для этого перейдите на закладку **Компоненты** и нажмите на боковой панели кнопку **Показать градуировочные уровни**.

В появившемся окне:

- Укажите количество градуировочных уровней. При этом в таблице появятся столбцы "Уровень 1", "Уровень 2" и т.п.
- В столбцах "Уровень 1", "Уровень 2" и т.п., задайте концентрацию компонента. Концентрацию можно указывать с неопределенностью.
- Выберите текущий уровень.
- Нажмите **Закрыть**.

В дальнейшем, при проведении очередного градуировочного анализа в паспорте хроматограммы выбирайте номер уровня. Так же номер уровня можно указывать в последовательности анализов в Планировщике.

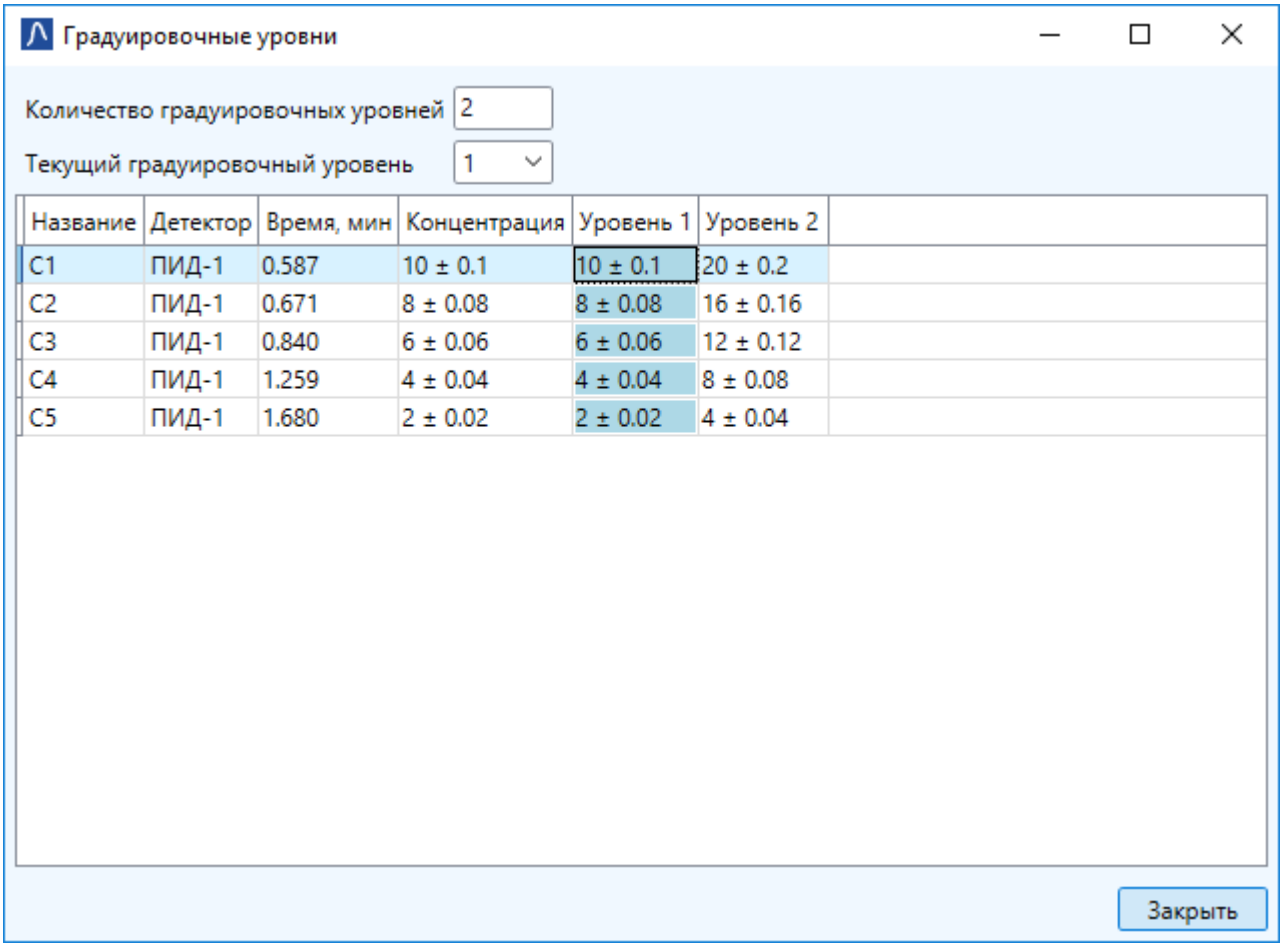


Рисунок 4.92 – Задание градуировочных уровней

Если вы ранее сохранили стандартный образец, вы можете загрузить его, а так же задать название градуировочного уровня.

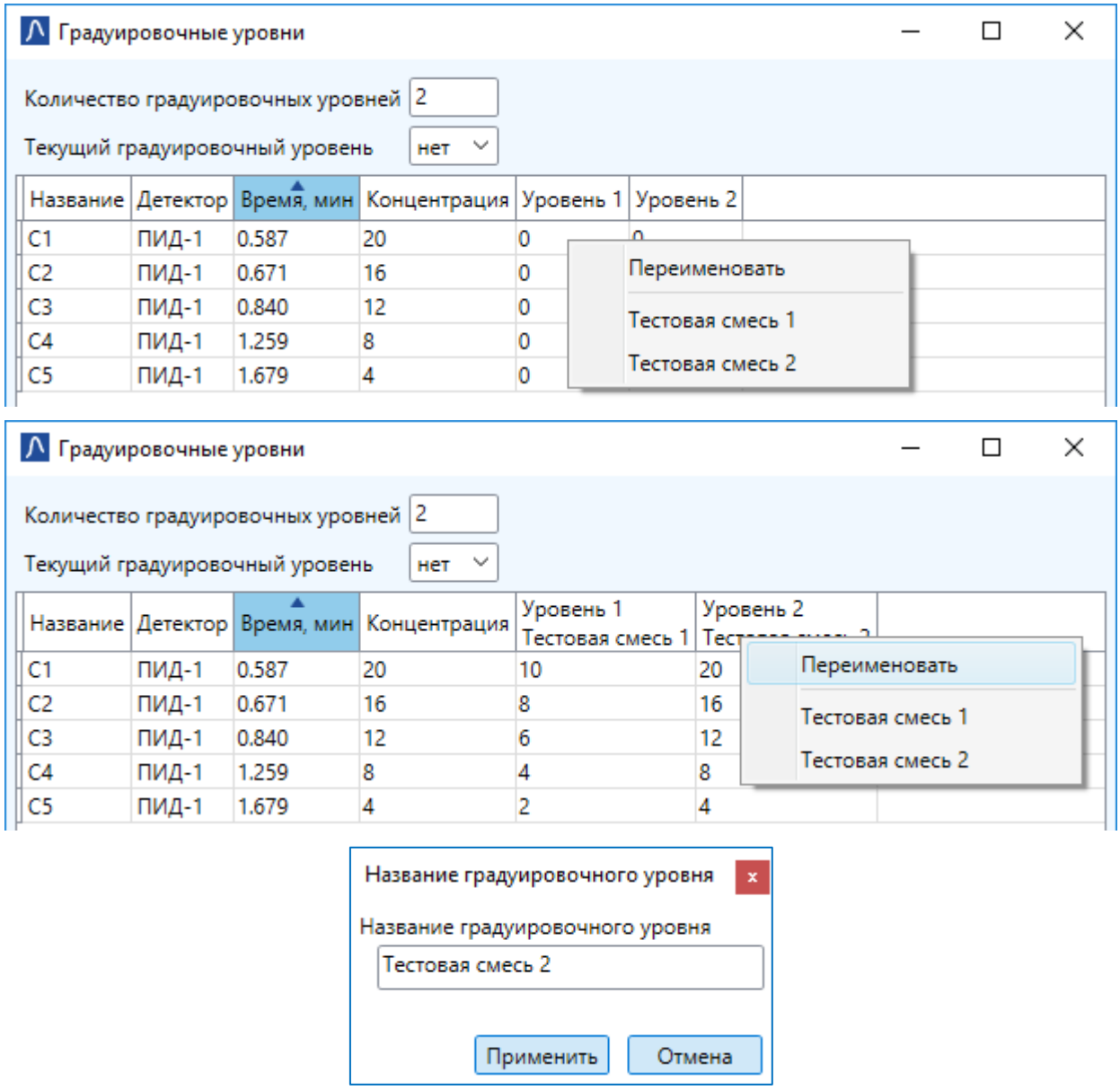


Рисунок 4.93 – Загрузка градуировочных уровней из стандартных образцов. Задание названий уровней

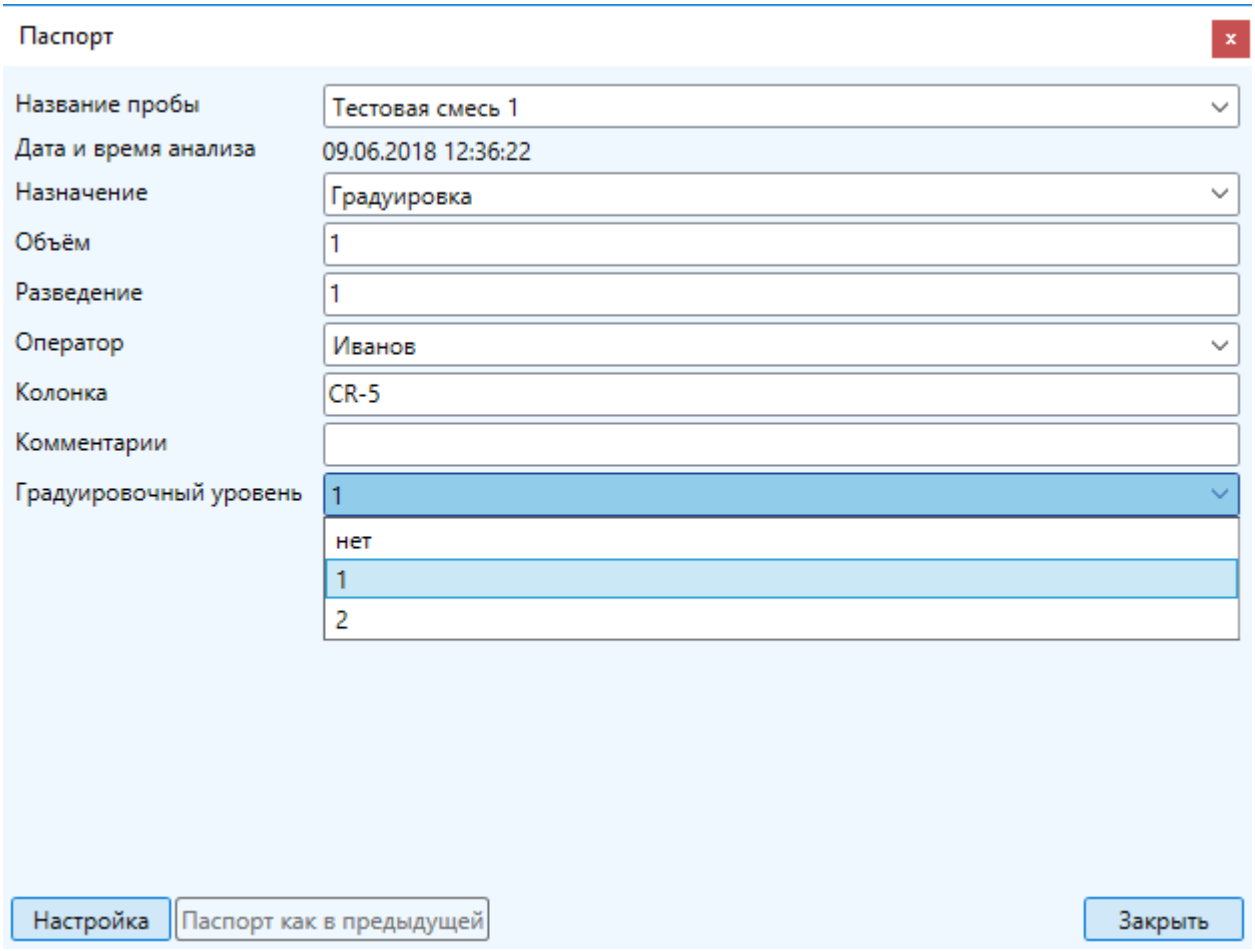


Рисунок 4.94 – Выбор градуировочного уровня в паспорте хроматограммы

В ходе градуировки уровни накапливаются в последней хроматограмме. Т.е. в первой – один уровень, во второй – два и т.д.

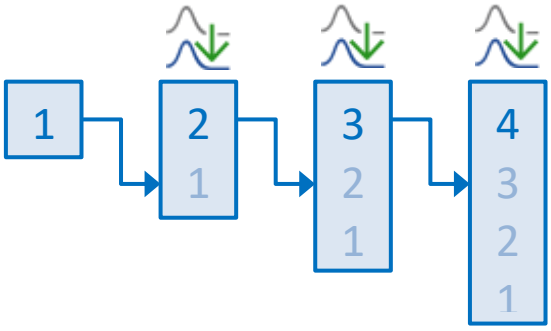


Рисунок 4.95 – Накопление уровней в ходе градуировки

От оператора требуется настроить параметры обработки и таблицу компонентов самой первой градуировочной хроматограммы.

При старте каждого последующего анализа уже нет необходимости снова настраивать данные параметры, достаточно нажимать на кнопку **Обработать как предыдущую** (расположена на верхней панели инструментов).

При этом из предыдущей хроматограммы копируются параметры в соответствии с настройкой.

4.5.6.1 Контроль градуировки

- Перейдите на закладку **Градуировка**.
- Выделите компонент, для которого нужно показать градуировку.

В правой части окна появится градуировочный график, под ним – таблица градуировочных точек. В этой таблице серым цветом выделен градуировочный уровень, соответствующий выбранному компоненту на текущей хроматограмме.

- Для контроля градуировки перейдите на закладку **Статистика**.

Чаще всего градуировку оценивают по относительному среднеквадратическому отклонению (СКО, σ %) или коэффициенту детерминации (R^2). Для более оперативного контроля вы можете вывести один из этих параметров (или любой другой) в заголовок графика. В этом случае вам не нужно будет все время переходить на закладке **Статистика**.

- Чтобы выбрать основной параметр для контроля градуировки, щелкните мышью на соответствующей строке в заголовке графика.
- В появившемся меню выберите интересующий параметр.

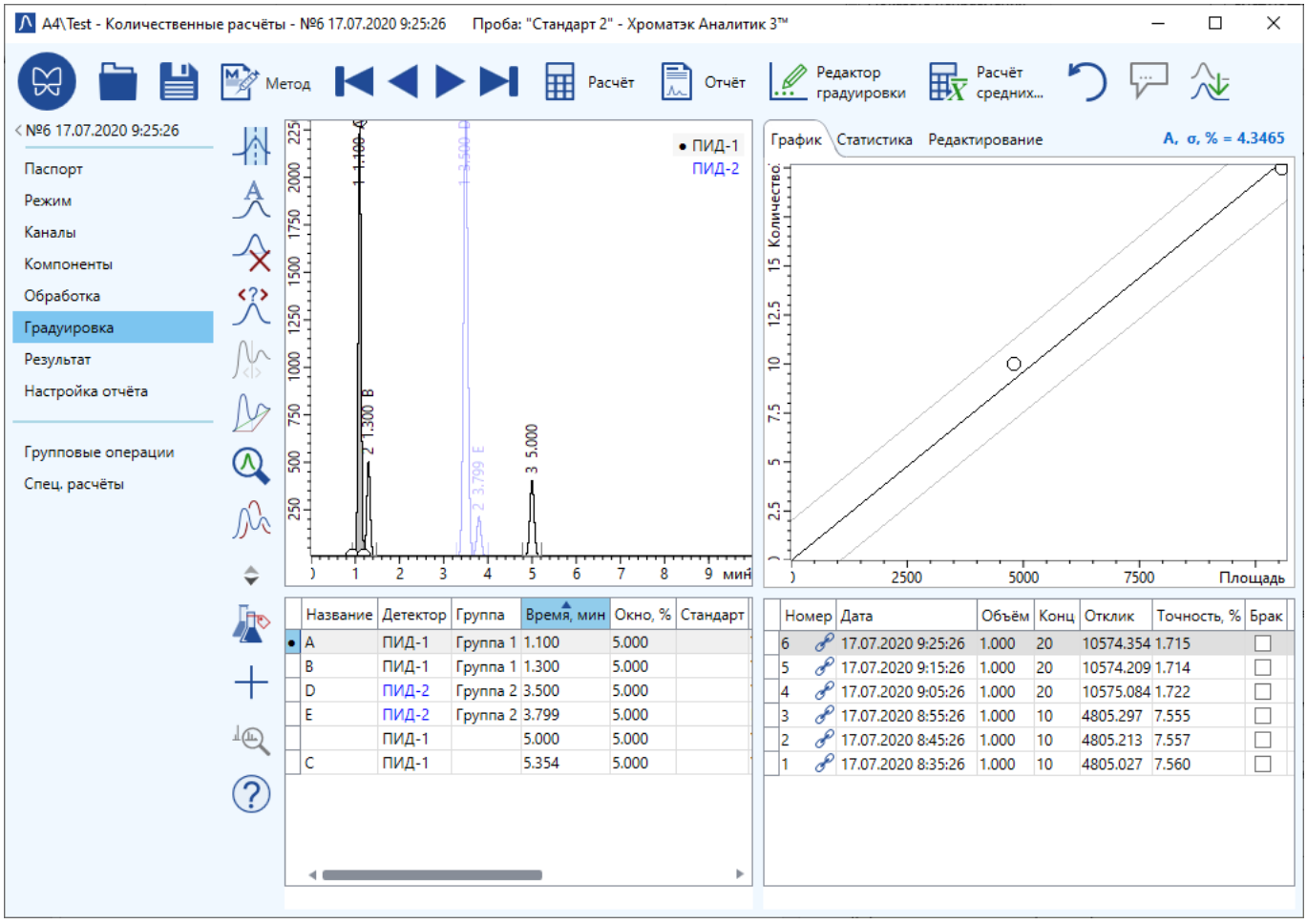
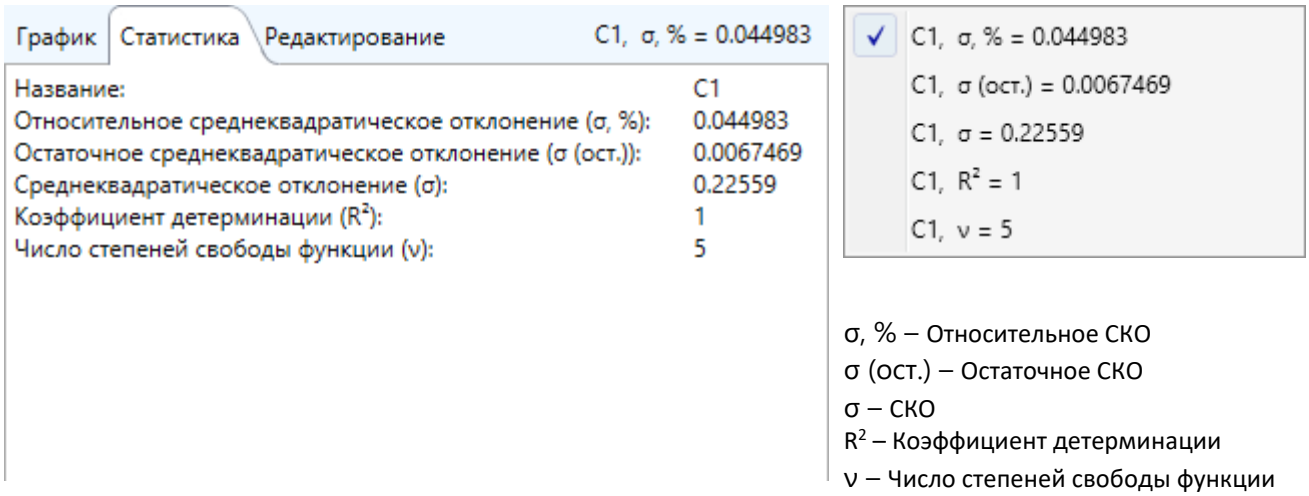


Рисунок 4.96 – Градуировка



нок 4.97 – Контроль градуировки

Число степеней свободы. Параметр говорит о разности между числом опытов и количеством градуировочных коэффициентов и показывает адекватность выбора типа градуировочного уравнения. Чем больше степеней свободы, тем лучше.

Коэффициент детерминации (R^2). Параметр показывает, насколько точно выбранное уравнение соответствует экспериментальным данным. Всегда < 1. Чем ближе к 1, тем лучше. Для расчёта R^2 у линейных уравнений, проходящих через начало координат ($y = K \cdot x$ и $y = K\text{ср} \cdot x$), вводится одна мнимая точка (0,0). Параметр R^2 может даже получиться отрицательным. Это говорит о том, что выбранный тип уравнения не годится для применения. Необходимо исключить из регрессии "лишние" точки, изменить тип функции либо увеличить число коэффициентов регрессии.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n}(y_i - \hat{y_i})^2}{\sum_{i=1}^{n}(y_i - \bar{y})^2}$$

Где:

y_i – ордината *i*-й точки на градуировочном графике,

$\hat{y_i}$ – вычисленное по уравнению зависимости значение ординаты *i*-й точки,

$\bar{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i$ – среднее арифметическое ординат всех *n* точек на градуировочном графике.

Среднеквадратическое отклонение. Характеризует меру рассеяния экспериментальных данных от среднего значения. Чем меньше, тем лучше.

Относительное среднеквадратическое отклонение. То же самое, что и абсолютное СКО, только выраженное в % относительно среднего значения.

Остаточное среднеквадратическое отклонение. Остаточное среднеквадратическое отклонение показывает меру рассеяния экспериментальных данных от ожидаемых по градуировочной зависимости. Чем меньше, тем лучше.

Для оценки относительной точности просто сравните соответствующее значение каждого градуировочного уровня в соответствующей таблице.

Для оценки абсолютной точности:

1. Проведите дополнительный анализ стандартного образца.
2. В паспорте укажите назначение хроматограммы – **Контрольный образец**.
3. Выберите градуировочный уровень или задайте концентрации вручную на закладке **Компоненты**.
4. Выполните расчёт.
5. На закладке **Результат** оцените значение абсолютной точности.

Градуировочный график можно масштабировать так же, как хроматограмму.

- Вертикальные штрихи показывают значение заданной неопределенности (сходимости). 2.
- Светло-серые линии показывают границы доверительного интервала.

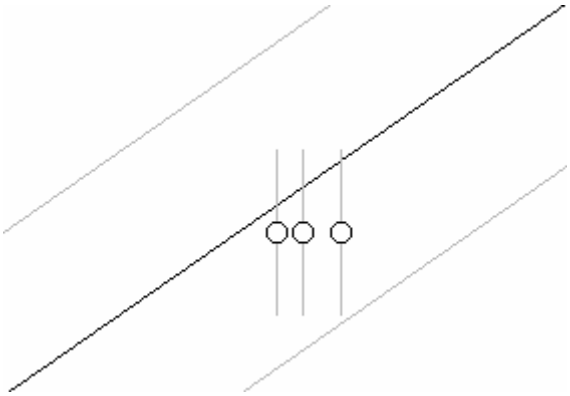


Рисунок 4.98 – Обозначение градуировочных уровней на графике

4.5.6.2 Редактирование градуировки

Градуировку можно создать не только путём накопления уровней, последовательно выполняя на каждой хроматограмме операцию **Обработать, как предыдущую**. Вы можете добавлять уже записанные хроматограммы в градуировку в произвольном порядке.

 Нажмите на кнопку **Редактор градуировки**. Окно примет вид, как на рисунке ниже.

 Нажмите на кнопку **Выбор хроматограмм**.

- Выберите хроматограммы.
- Нажмите на кнопку Применить.

Выбранные хроматограммы будут добавлены в список в левой части окна. Списки компонентов, настройки процессов и градуировочные уровни в них могут быть различны, поэтому их нужно объединить и синхронизировать.

 Нажмите на кнопку **Синхронизация и объединение**. В появившемся меню последовательно выберите пункты:

- Объединить компоненты.

- Синхронизировать градуировочные уровни.
- Синхронизировать процессы.

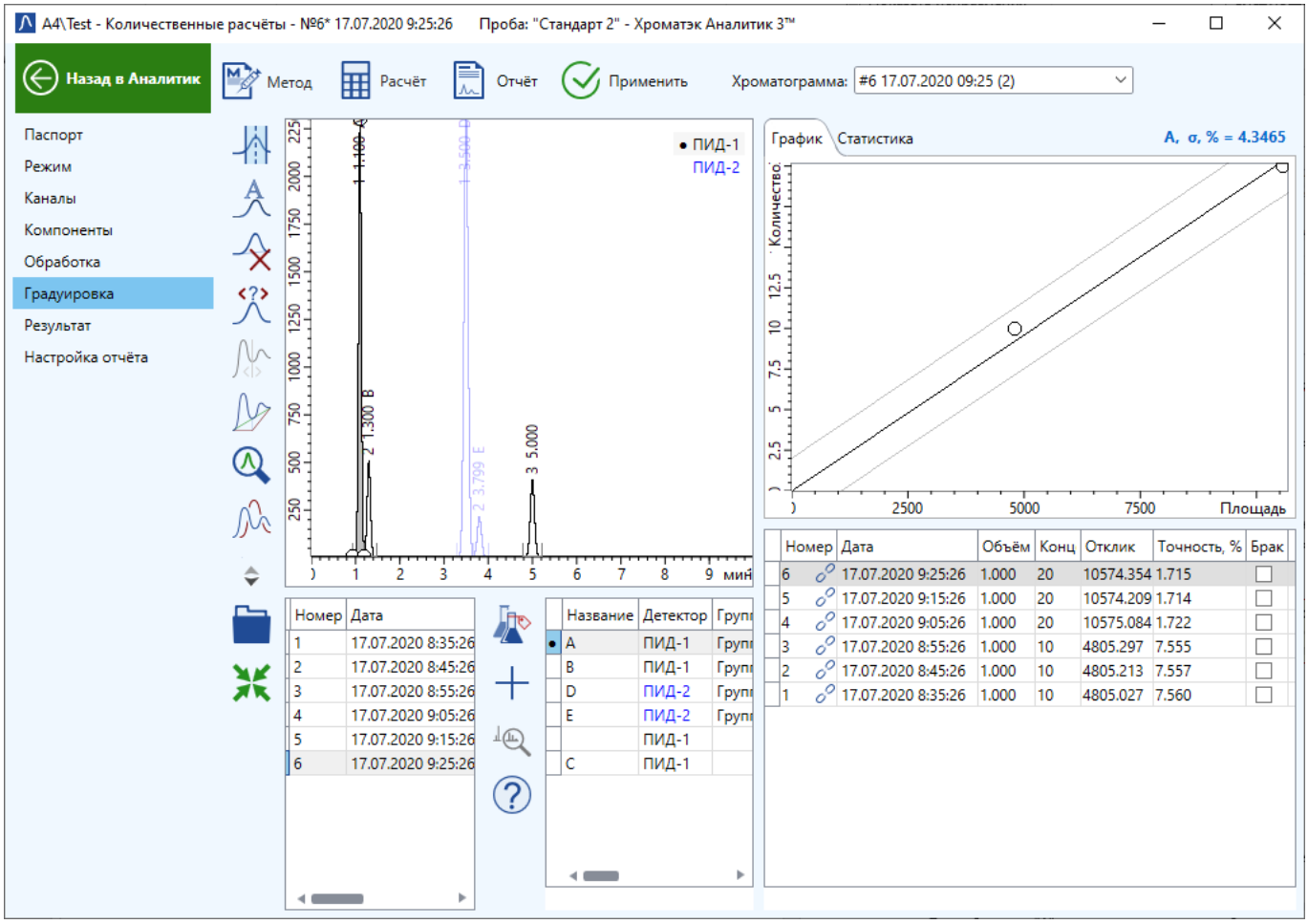


Рисунок 4.99 – Редактор градуировки

- Последовательно щёлкните правой кнопкой мыши на каждой хроматограмме списка.
- В появившемся меню выберите градуировочный уровень для этой хроматограммы.

Уровни отображаются в списке после открывающей скобки.

Например, в строке **№3 09.06.2018 12:41:57 (2** – параметр **(2** означает, что для этой хроматограммы задан градуировочный уровень 2.

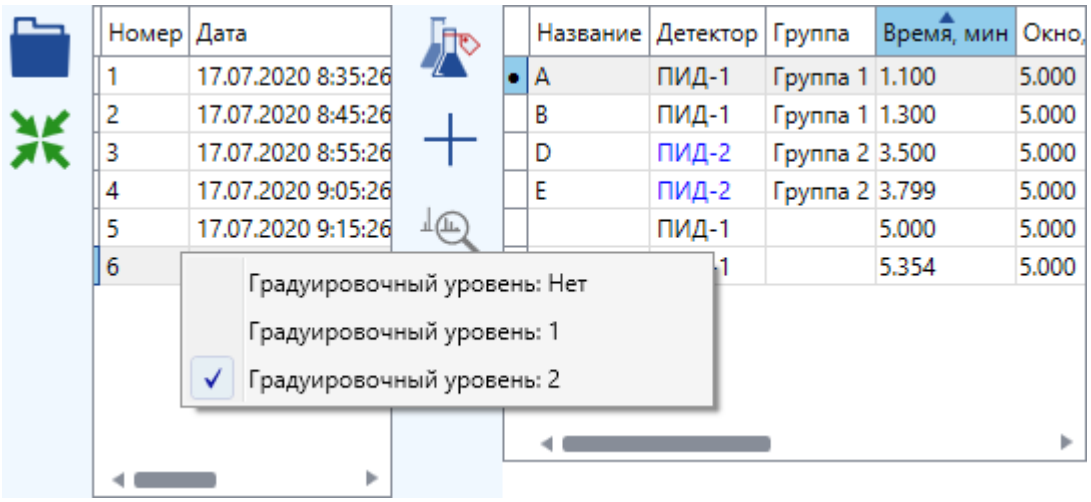


Рисунок 4.100 – Редактор градуировки. Задание градуировочных уровней

Вы можете просматривать градуировочные хроматограммы, перемещаясь по ним в списке.

 Нажмите на кнопку **Расчёт**.

- Выберите пункт меню Перерасчёт всех хроматограмм в градуировке.
- Перейдите на закладку **Градуировка** (под списком), чтобы проконтролировать ее приемлемость.
- Если градуировка приемлема, нажмите на кнопку **Применить**.

Если градуировка неприемлема, пройдите по всем градуировочным хроматограммам и проверьте правильность разметки. При необходимости скорректируйте разметку. Вы можете отредактировать настройки процессов. Не забудьте их после этого снова синхронизировать.

 Сохраните метод.

- Нажмите на кнопку **Назад в Аналитик**, чтобы выйти из редактора.

4.5.6.3 Стандартная добавка

Возможна следующая задача:

Для градуировки необходимо приготовить раствор компонента "А" (его количество известно) в растворителе "В".

В растворителе компонент "А" уже может присутствовать в виде примеси и его количество неизвестно. При добавлении "А", его суммарное количество будет превышать известное оператору, и градуировка будет построена неправильно.

Чтобы этого избежать, проведите градуировку по следующему алгоритму:

1. Введите в хроматограф растворитель без добавки компонента "А" и отметьте данную хроматограмму, как градуировочную.
2. В таблице компонентов задайте концентрацию компонента "А" = 1e-10 ("e" должно быть написано латиницей). Концентрация компонента "А" в данный момент нам не известна, поэтому задаем заведомо малое число. Достаточно 10e-10, но можно еще меньше. Ноль задать нельзя, поскольку ноль в данном случае число незначащее (т.е. если его задать, градуировочной точки не будет).
3. Установите функцию $Y = K_1X + K_0$ (нужно для контроля градуировки).
4. Выполните расчёт.
5. Когда хроматограф выйдет на этап "Готовность", введите пробу с добавкой (компонент "А" с известным количеством в растворителе "В"). Отметьте хроматограмму, как градуировочную.
6. Задайте концентрацию компонента "А" (то, которое известно, без учета примеси в растворителе).
7. Выполните расчёт.
8. Повторите п. 5-7 столько раз, сколько требует методика.
9. Оцените правильность градуировки. Если градуировка удовлетворительна, поменяйте у компонента "А" функцию на **Стандартная добавка**.

10. Выполните расчёт.
11. Сохраните метод.

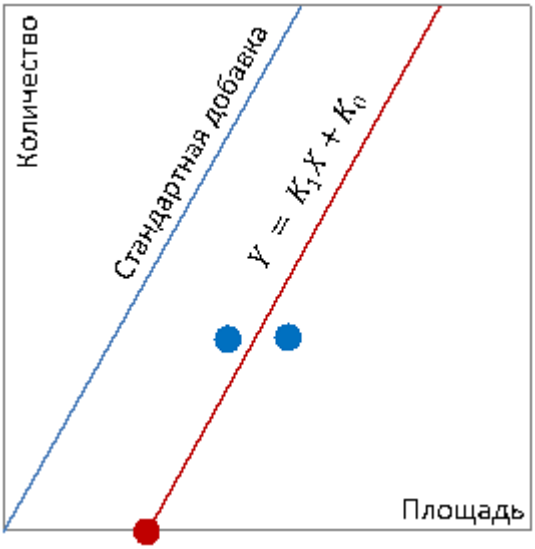


Рисунок 4.101 – Стандартная добавка

4.5.7 Сохранение метода

После того, как все процедуры создания метода выполнены, градуировка (если есть) признана удовлетворительной, последнюю полученную хроматограмму (или единственную при использовании внутренней или процентной нормализации) нужно сохранить.

Для сохранения метода на панели инструментов нажмите кнопку **Метод** и в появившемся меню выберите пункт **Сохранить как**.

Для методов с градуировкой в имени метода рекомендуется указывать дату проведения градуировки, например: "Град. 13.11.2014".

Для методов без градуировки имя файла может быть любым.

Если вам необходимо, чтобы данный метод был доступен не только в текущем проекте, но и в других – добавьте его в избранное:

Избранные методы отмечены символом

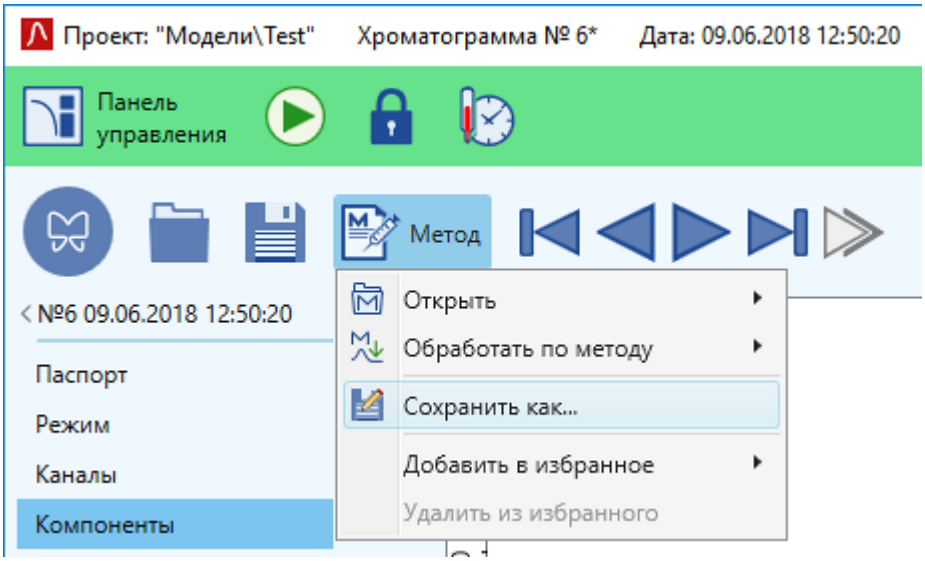


Рисунок 4.102 – Сохранение метода

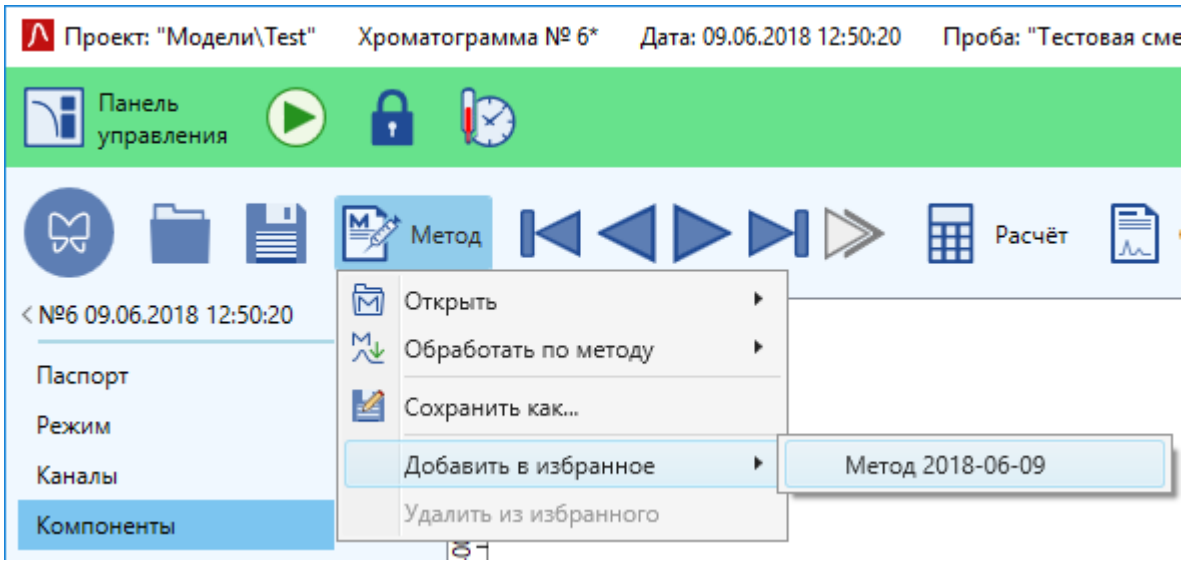


Рисунок 4.103 – Добавление метода в список избранных

4.6 Качественный анализ по масс-спектрометрическим данным

Встроенный модуль качественного анализа по масс-спектрометрическим данным позволяет:

- проводить поиск пиков на хроматограмме в автоматическом и ручном режиме;
- вычитать из масс-спектра (далее – спектра) шумовой сигнал в автоматическом и ручном режиме с целью повышения качества идентификации;
- идентифицировать полученные спектры по библиотекам спектров;
- оформлять отчёты по выполненным анализам в соответствии с требованиями пользователя;
- экспортировать масс-спектрометрические данные в формат NetCDF, который может быть открыт в ПО других производителей;
- импортировать данные программ других производителей;
- выполнять поверку МСД – определять соотношение "Сигнал/Шум".

Масс-спектрометрические данные сохраняются в файлах ***.MSDX**. Если рядом с открытой хроматограммой находится соответствующий ей файл *.MSDX, то на панели закладок "Хроматэк Аналитик" появляются две дополнительные:

- МСД: Спектр.
- МСД: Результат поиска.

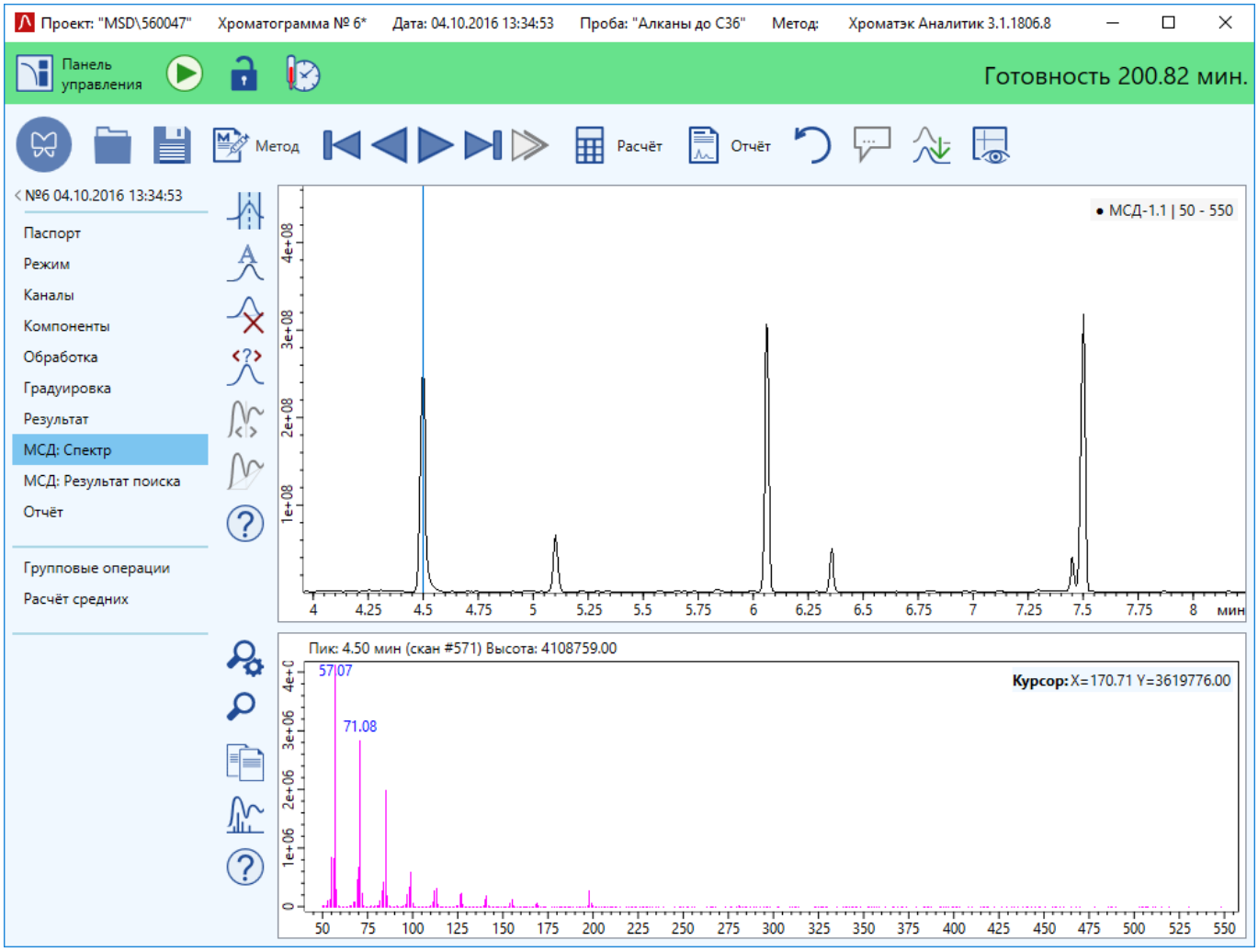


Рисунок 4.104 – Масс-спектрометрические данные

Перед тем, как приступить к работе с МС-данными, настройте параметры поиска по библиотеке и параметры качественного анализа.

4.6.1 Активация лицензии

Модуль качественного анализа по МС-данным входит в состав ПО "Хроматэк Аналитик" всегда, но требует активации лицензии.

При выполнении ручного или автоматического поиска по библиотеке проверяется наличие лицензии и, если она отсутствует, появляется окно, предлагающее зарегистрировать программу.

- Нажмите на кнопку **Зарегистрировать**.
- Откроется окно "Хроматэк Навигатор".

- Введите пароль (он написан на листе бумаги, вложенном в коробку с носителем программного обеспечения). Если пароля в коробке нет, вместо него укажите заводской номер хроматографа.
- Укажите свой email. На него будет отправлена цифровая подпись.
- На экране появится QR-код. Отсканируйте его смартфоном. Код будет преобразован в ссылку. Перейдите по ней. Запрос отправлен.
- Так же вы можете послать строку запроса на адрес soft@chromatec.ru или support@chromatec.ru.

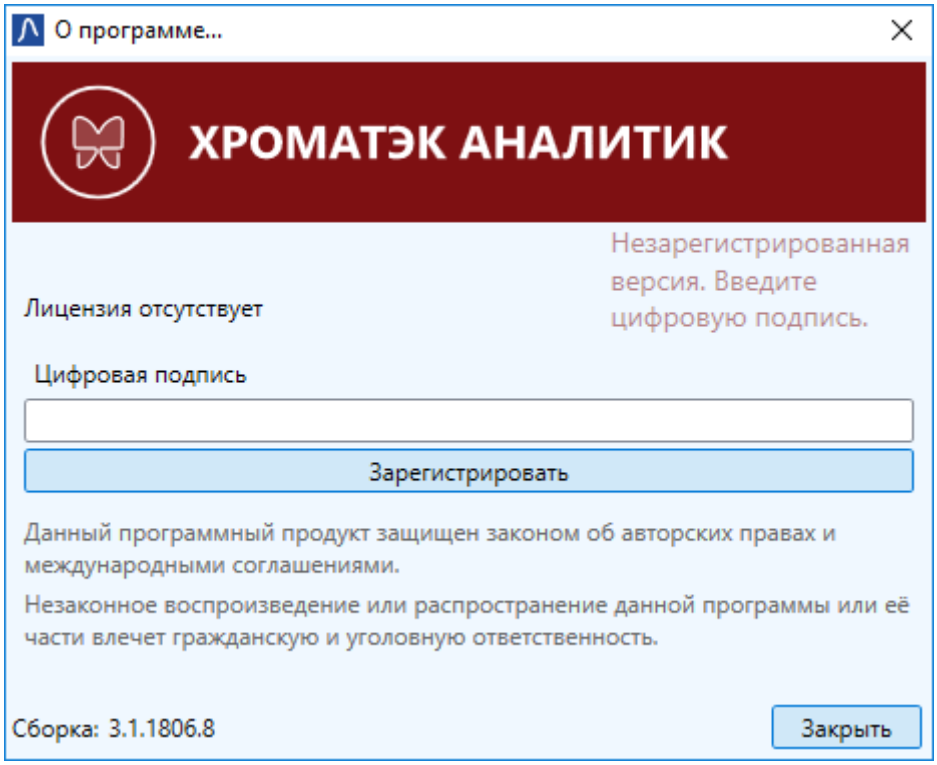


Рисунок 4.105 – Запрос лицензии

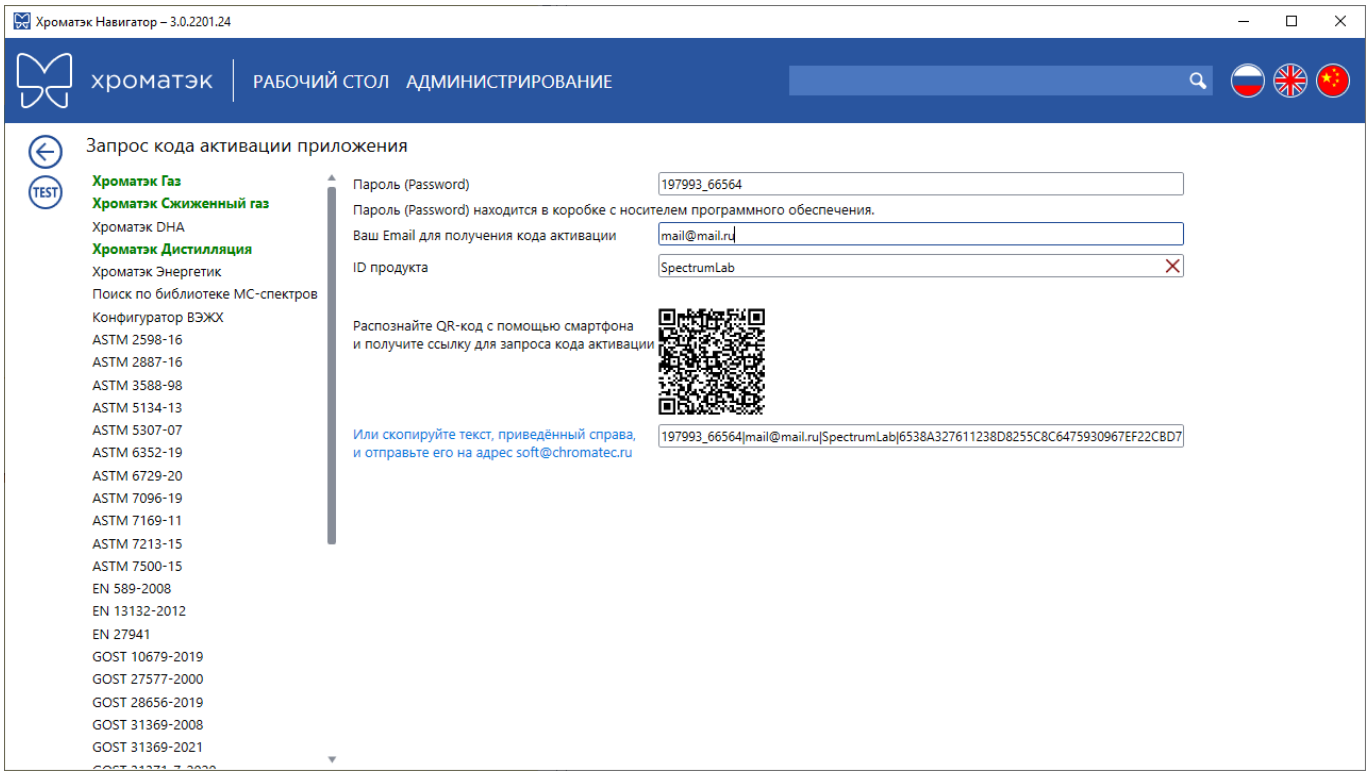


Рисунок 4.106 – Код компьютера

В ответном письме вам сообщат **цифровую подпись** программы. Скопируйте её и вставьте в соответствующее поле диалога **О программе** (если диалог в этот момент открыт, подпись вставится автоматически).

Если цифровая подпись введена правильно, окно изменит цвет на зеленый:

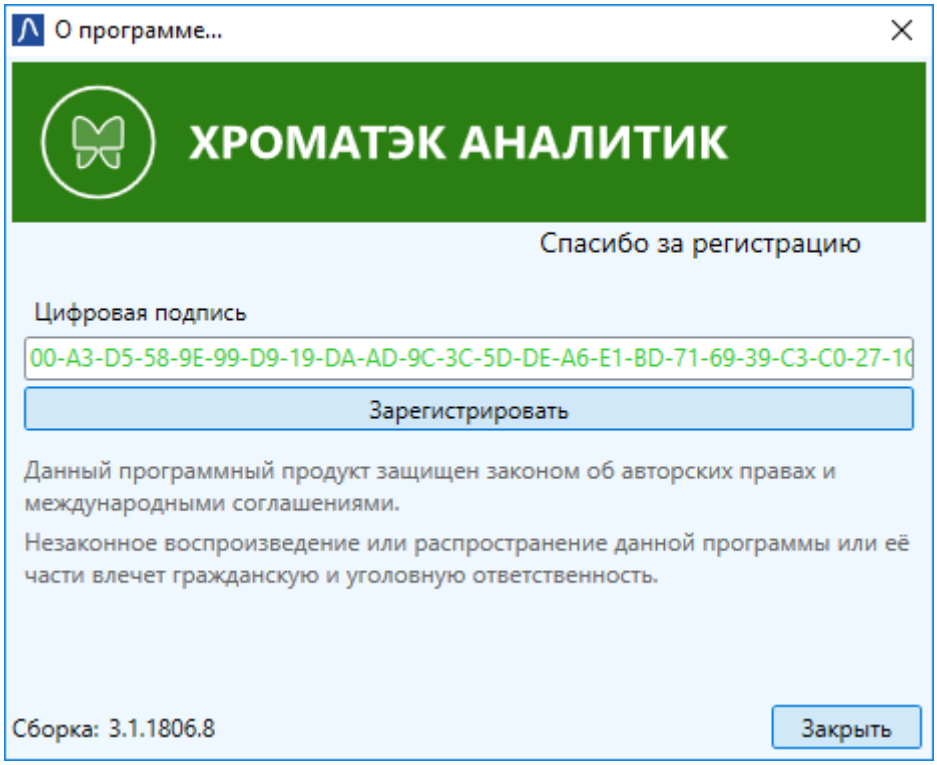


Рисунок 4.107 – Программа зарегистрирована

Закройте окно регистрации и запустите программу заново.

После успешной регистрации данное окно при запуске программы больше появляться не будет.

4.6.2 Подключение библиотек масс-спектров

На установочном диске "Хроматэк Аналитик" содержатся демоверсии:

- библиотеки NIST08 (содержит 2378 спектров из более чем 270000 спектров полной версии, спектры MS/MS отсутствуют);
- поисковой программы NIST MS Search v2.0 (отсутствуют некоторые функции более поздних версий);
- программы AMDIS.

Для установки демоверсий библиотек вставьте диск с ПО "Хроматэк Аналитик" в CD(DVD) привод вашего компьютера.

В разделе **Выбор компонентов** программы установки выберите компонент **Библиотека NIST 08 Demo**.

Нажмите **Далее**.

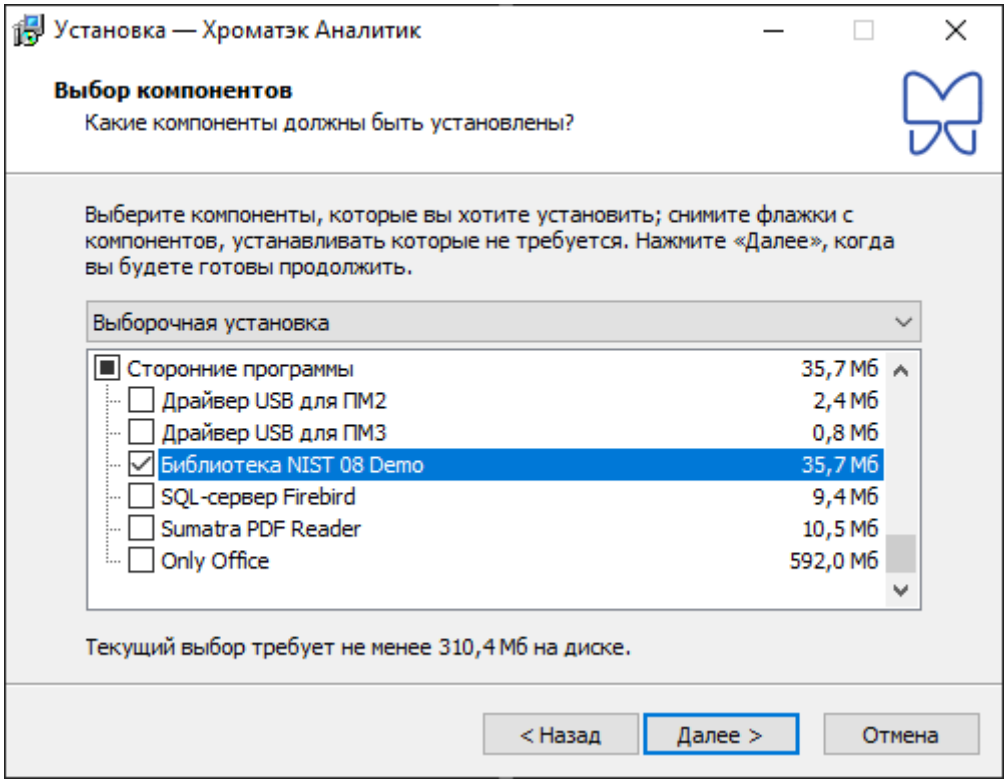


Рисунок 4.108 – Установка библиотеки NIST 08 Demo

В случае приобретения CD-ROM с полной версией библиотеки NIST (например, NIST20) или с другими библиотеками, при установке следуйте инструкциям, содержащимся на диске. В частности, для библиотеки NIST14 порядок установки изложен в файле ReadMe.txt.

При наличии у вас собственных библиотек в формате NIST, их можно добавить к уже установленным библиотекам вручную. Для этого скопируйте папку с библиотекой в папку **C:\NIST20\MSSEARCH**. Вместо папки **C:\NIST20** у вас может быть папка **C:\NIST14**, **C:\NIST17** или другая с цифрами, соответствующими году выпуска библиотеки NIST.

"Хроматэк Аналитик" работает только с библиотеками в формате NIST. Для конвертации библиотек в этот формат используется программа **LIB2NIST.exe**.

Данная программа устанавливается вместе с библиотекой NIST, в ту же папку, что и NIST (по умолчанию папка C:\NIST20\MSSEARCH).

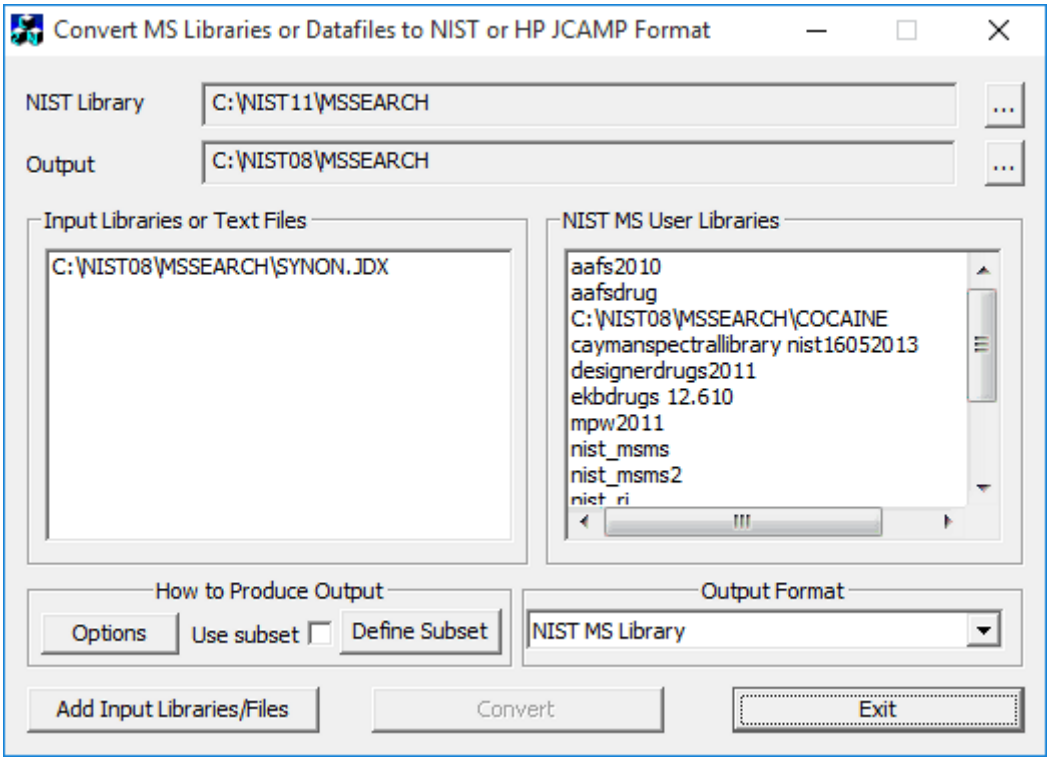


Рисунок 4.109 – Конвертер библиотек Lib2NIST Converter

Допустимые форматы конвертируемых библиотек:

- HP Lib (*.L),
- Text (*.SDF, *.MSP),
- NIST Lib (*.*),
- JCAMP-DX (*.JDX, *.DX, *.HPJ, *.JX, *.JC, *.JCM).

Библиотеки для конвертирования выбираются по нажатию кнопки **Add Input Libraries/Files**. После выбора библиотеки для конвертирования она появляется в левом окне программы (Input Libraries or Text Files). Путь к папке, в которую происходит конвертирование, выбирается по нажатию кнопки […], которая находится справа от строки **Output**.

"Хроматэк Аналитик" работает с библиотеками, расположенными в папке **...NIST20\MSSEARCH**, поэтому конвертировать надо именно в эту папку. Также, при необходимости можно выбрать формат библиотеки после конвертации (**Output Format**): NIST MS Library, Text File (*.MSP), HP JCAMP File (*.HPJ), SDFile (*.SDF).

После нажатия кнопки **Convert** происходит автоматическая конвертация библиотеки в выбранный формат. После этого библиотека будет доступна в настройках поиска по библиотеке программы "Хроматэк Аналитик".

4.6.3 Работа со спектром

Перейдите на закладку **МСД: Спектр**. Рабочая область "Хроматэк Аналитик" делится на две части – хроматограмма и спектр (Рисунок 4.106). Спектр отображается для точки хроматограммы, на которой находится маркер.



Маркер можно включить с помощью кнопки на боковой панели и передвигать мышью.

Так же маркер можно включить (установить) щелчком левой кнопки мыши в любом месте хроматограммы. Важный нюанс – установка маркера щелчком мыши работает только для закладки **МСД: Спектр**.

В нижней части окна появится спектр, соответствующий позиции маркера.

Так же, для получения более точного спектра, рекомендуется усреднить спектры нескольких соседних точек. Для этого используется долгое нажатие левой кнопки мыши (более 0,5 с). Такое нажатие вызывает маркер и позволяет, не отпуская левую кнопку мыши, выделить область, в которой все спектры будут усреднены. Усредненный спектр отобразится в окне спектра.

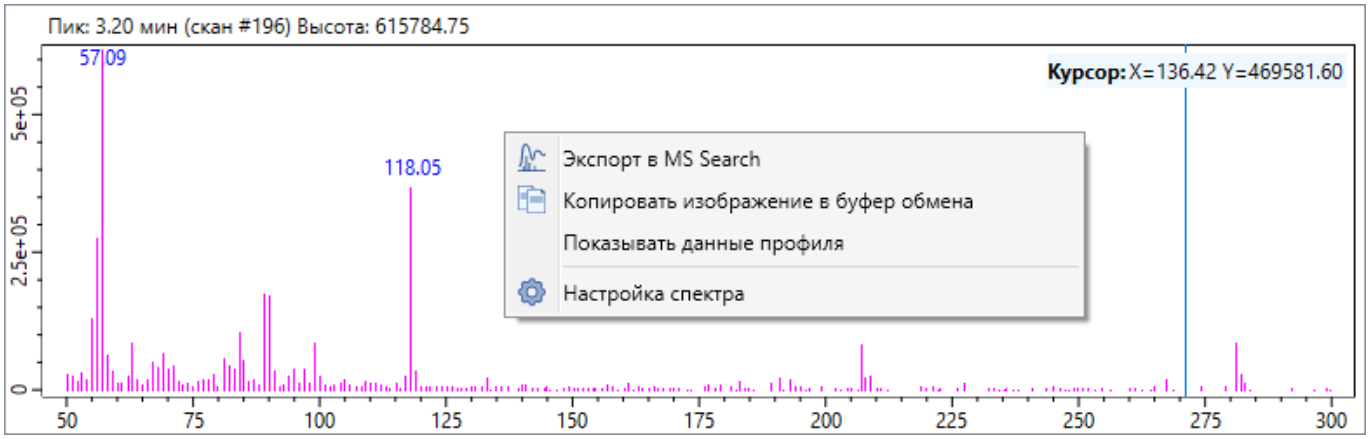


Рисунок 4.110 – Спектр и его контекстное меню

Щелчком правой кнопкой мыши можно открыть контекстное меню с командами:

- Экспорт в MS Search.
- Копировать изображение в буфер обмена.
- Показывать данные профиля.

Настройки профиля отображаются в том случае, если в режиме анализа для МСД был указан тип регистрации данных – **профиль**.

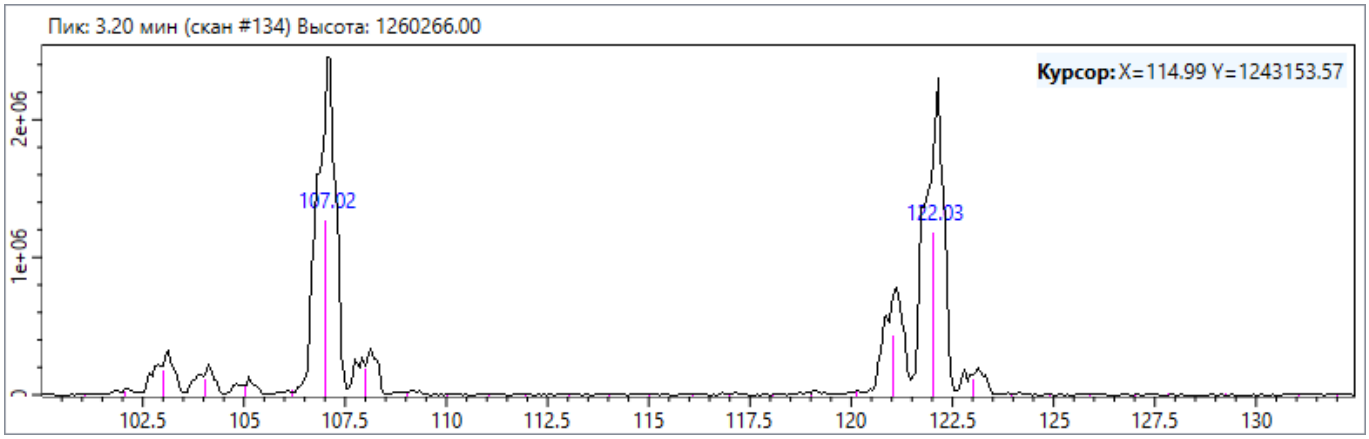


Рисунок 4.111 – Данные профиля

4.6.4 Проведение ручного поиска

На закладке **МСД: Спектр** можно провести ручной поиск.

Ручной поиск отличается от автоматического тем, что поиск пиков и вычитание фона производятся пользователем вручную.

1. Установите курсор на вершину интересующего пика или выделите несколько соседних точек вершины для получения усреднённого спектра. Усреднение даёт более точный спектр.
2. Щёлкните правой кнопкой мыши и в контекстном меню выберите – **Вычесть фон**.
3. Выделите отрезок хроматограммы для вычитания фона.

Вычитание фона не является обязательным для того, чтобы можно было провести поиск, но позволяет улучшить качество спектра для последующей идентификации.

Вы можете вычесть фон дважды, выбрав интервал перед пиком и после пика.

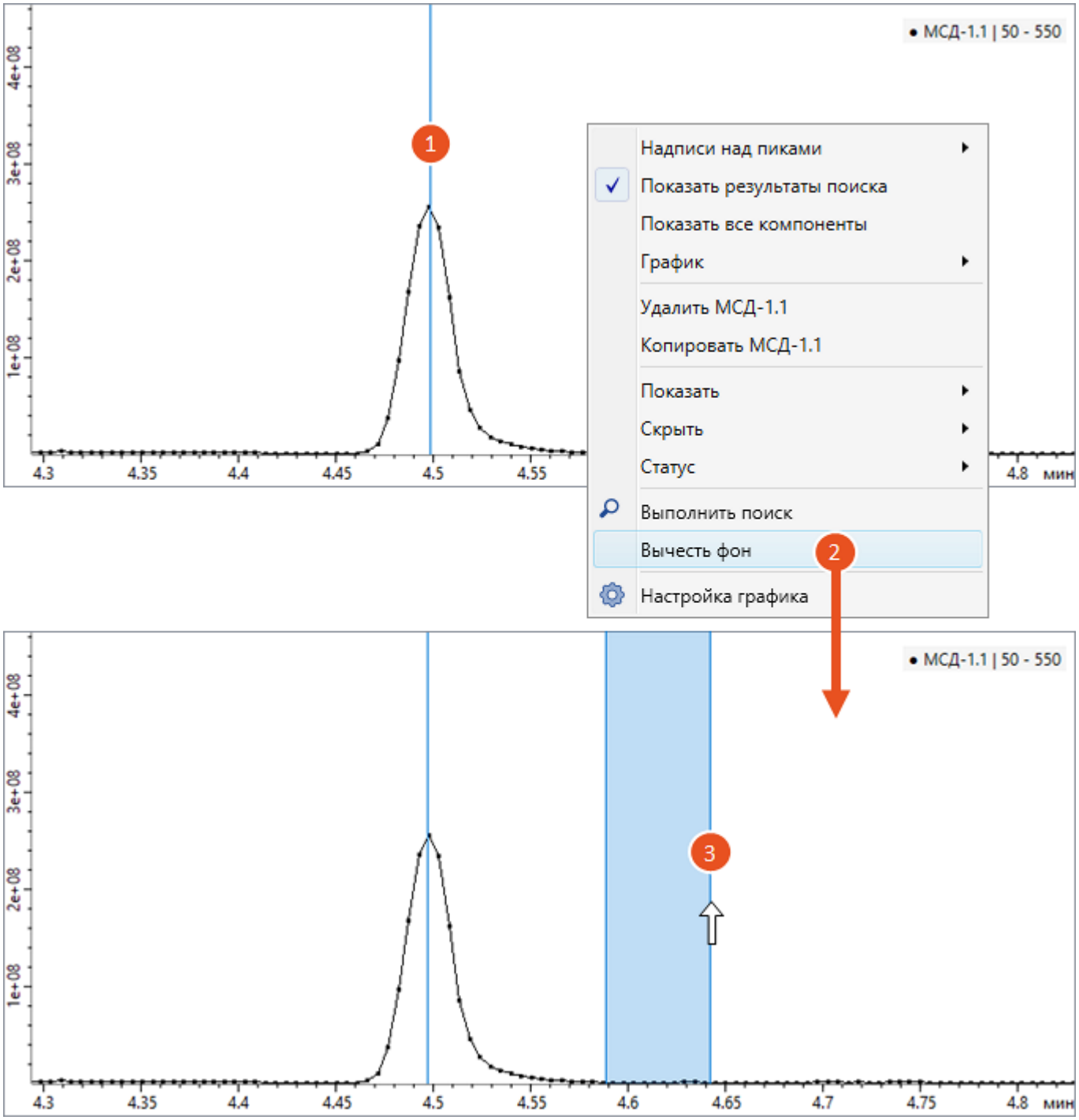


Рисунок 4.112 – Вычитание фона

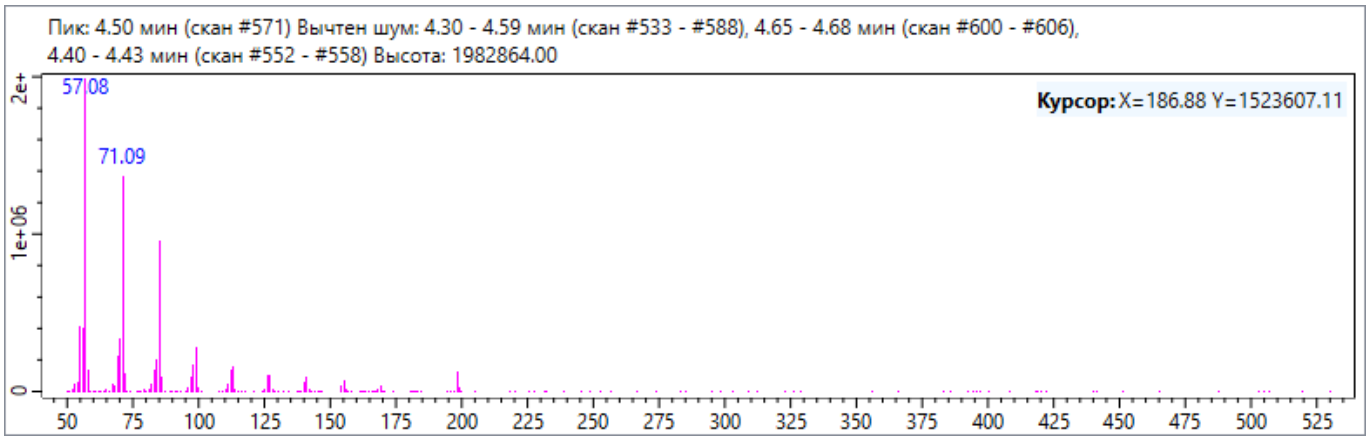


Рисунок 4.113 – Результат вычитания фона на спектре

 Далее нажмите на кнопку **Выполнить поиск**. Эту команду так же можно выбрать в контекстном меню при нажатии правой кнопки мыши.

Произойдет автоматический переход на закладку **Результат**.

В таблицу результатов поиска добавляется новый результат со временем удерживания вершины пика. Результаты ручного поиска находятся ниже результатов автоматического поиска.

Если провести автоматический поиск после ручного, то результаты ручного поиска пропадают.

4.6.5 Проведение автоматического поиска

Перейдите на закладку **МСД: Спектр** или **МСД: Результат поиска**.

 Нажмите на эту кнопку на боковой панели и выберите один из вариантов:

- **Найти все результаты поиска** – алгоритм с высокой чувствительностью, проводит поиск всех пиков, в том числе пиков очень малой интенсивности или невидимых на хроматограмме по полному ионному току;
- **Найти результаты поиска только у пиков** – проводится идентификация только тех пиков, которые были предварительно размечены.

На графике хроматограммы в верхней части появляются маркеры (треугольники), соответствующие временам удерживания в таблице результатов. Чтобы показать надписи (результаты поиска), щелкните на графике правой кнопкой мыши и в меню выберите соответствующий пункт.

На закладке **МСД: Результат поиска** находятся:

- **Таблица с временами удерживания и названиями обнаруженных веществ**. Для выбора пика можно использовать как таблицу времен удерживания, так и график хроматограммы. Для этого на хроматограмме надо выделить соответствующий пику маркер. При наведении указателя мыши на маркер пика, указатель мыши меняет вид на ↑, после чего строку с его временем удерживания можно выделить нажатием левой кнопки мыши. Если пик выделен на хроматограмме, он выделяется и в таблице пиков, и наоборот. Если пик размечен на текущей хроматограмме, то достаточно выделить мышью сам пик.
- **Таблица кандидатов для каждого пика**. Каждому пику соответствует своя таблица кандидатов, которая выводится на экран при выборе пика.
- Спектр пика (**Полученный спектр**) и спектр кандидата (**Библиотечный спектр**), помещенные друг над другом для удобства визуального сравнения. Каждому кандидату соответствует свой библиотечный спектр, который выводится на экран при выборе этого кандидата.

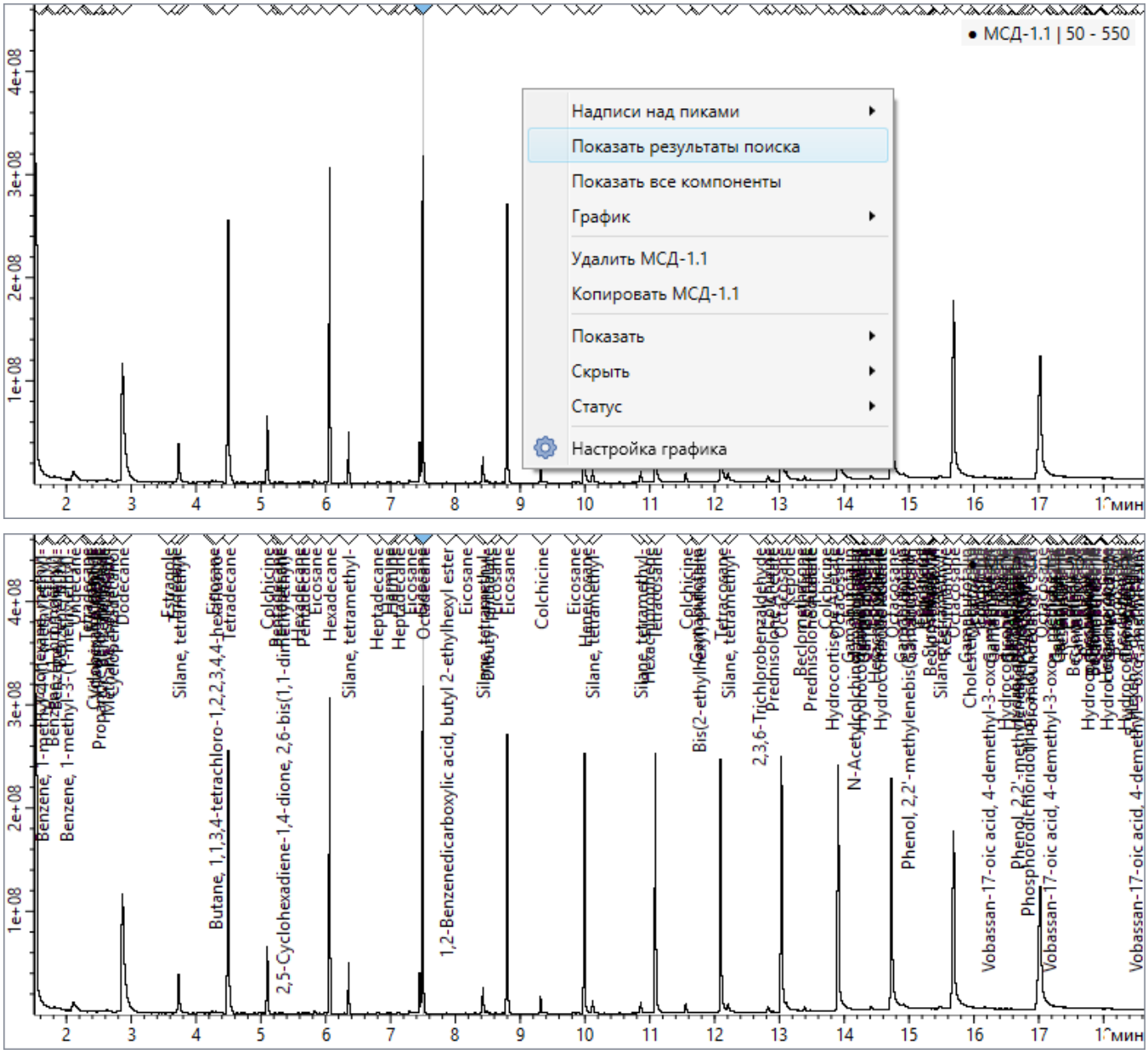


Рисунок 4.114 – Результаты поиска на графике

С помощью данной кнопки можно удалить все результаты поиска. Кнопка по умолчанию скрыта, показать её можно с помощью контекстного меню.

С помощью данной кнопки можно удалить выделенные результаты поиска. Также выделенные результаты могут быть удалены из списка с помощью клавиш **CTRL+DELETE**.

С помощью данной кнопки можно удалить все невыделенные результаты поиска.

С помощью этой кнопки можно присвоить названия кандидатов компонентам с соответствующими временами удерживания. Есть два варианта:

- **Присвоить безымянным пикам имена кандидатов** – присваивает названия только безымянным компонентам, чтобы не менять названия ранее созданных компонентов. Это бывает необходимо для дополнения таблицы компонентов;

- **Присвоить всем пикам имена кандидатов** – присваивает названия всем компонентам, а ранее созданные компоненты будут переименованы. Это бывает необходимо для полного переименования всех компонентов таблицы, если, например, для некоторых результатов поиска были выбраны новые кандидаты.

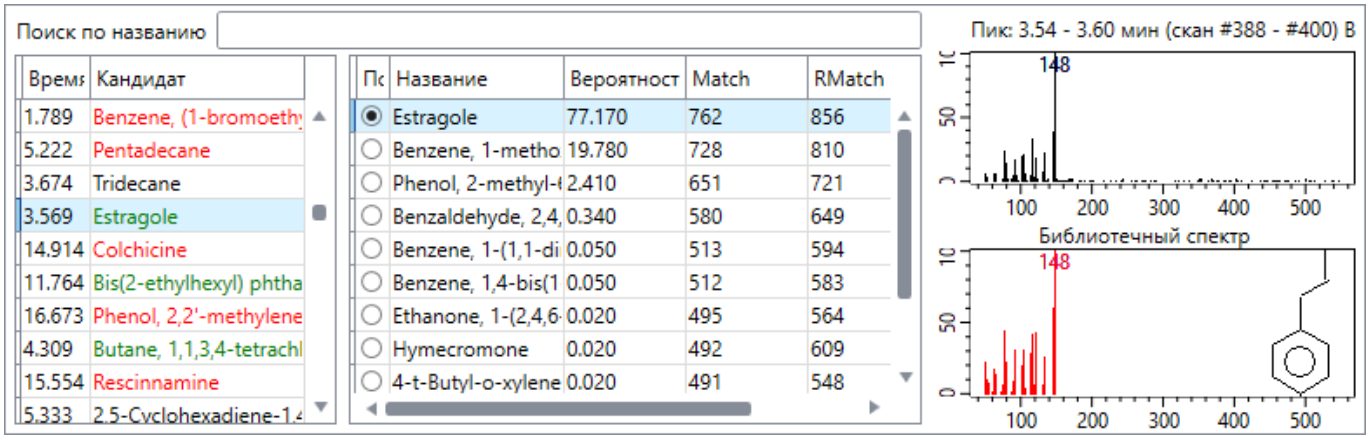


Рисунок 4.115 – Результаты поиска в таблице

Результаты с вероятностью, больше заданной в настройках (по умолчанию 70%) выделяются зелёным цветом. С вероятностью ниже заданной (по умолчанию 30%) – красным цветом.

Поля таблицы кандидатов:

Показать в отчёте. Если около кандидата выделен этот элемент, то название кандидата будет выведено над соответствующим пиком, если включено отображение подписей на хроматограмме.

Название. Библиотечное название кандидата.

Match. Коэффициент совпадения при прямом библиотечном поиске.

R.Match. Коэффициент совпадения при обратном библиотечном поиске.

Вероятность. Интегральная величина, учитывающая коэффициенты совпадения при прямом и обратном поиске, и определяющая, с какой вероятностью спектр, переданный библиотеке для идентификации, принадлежит кандидату.

Библиотека. Название библиотеки, в которой был найден кандидат.

Чтобы показать детали поиска, щёлкните правой кнопкой мыши на кандидате (в таблице справа) и в контекстном меню выберите – **Показать детали компонента**.

Детальная информация содержит:

- Название,
- Формула,
- Молекулярная масса,
- CAS#,
- NIST#,
- ID#,
- Библиотека,
- Другие базы данных,
- Источник информации,
- 10 наибольших пиков,
- Синонимы,

- Индексы удерживания.

Вся информация извлекается из библиотеки масс-спектров и отображается без изменений.

Вы можете, не закрывая окно просмотра информации о спектре, перемещать курсор по таблице результатов и содержимое окна будет меняться в соответствии с выделенным кандидатом.

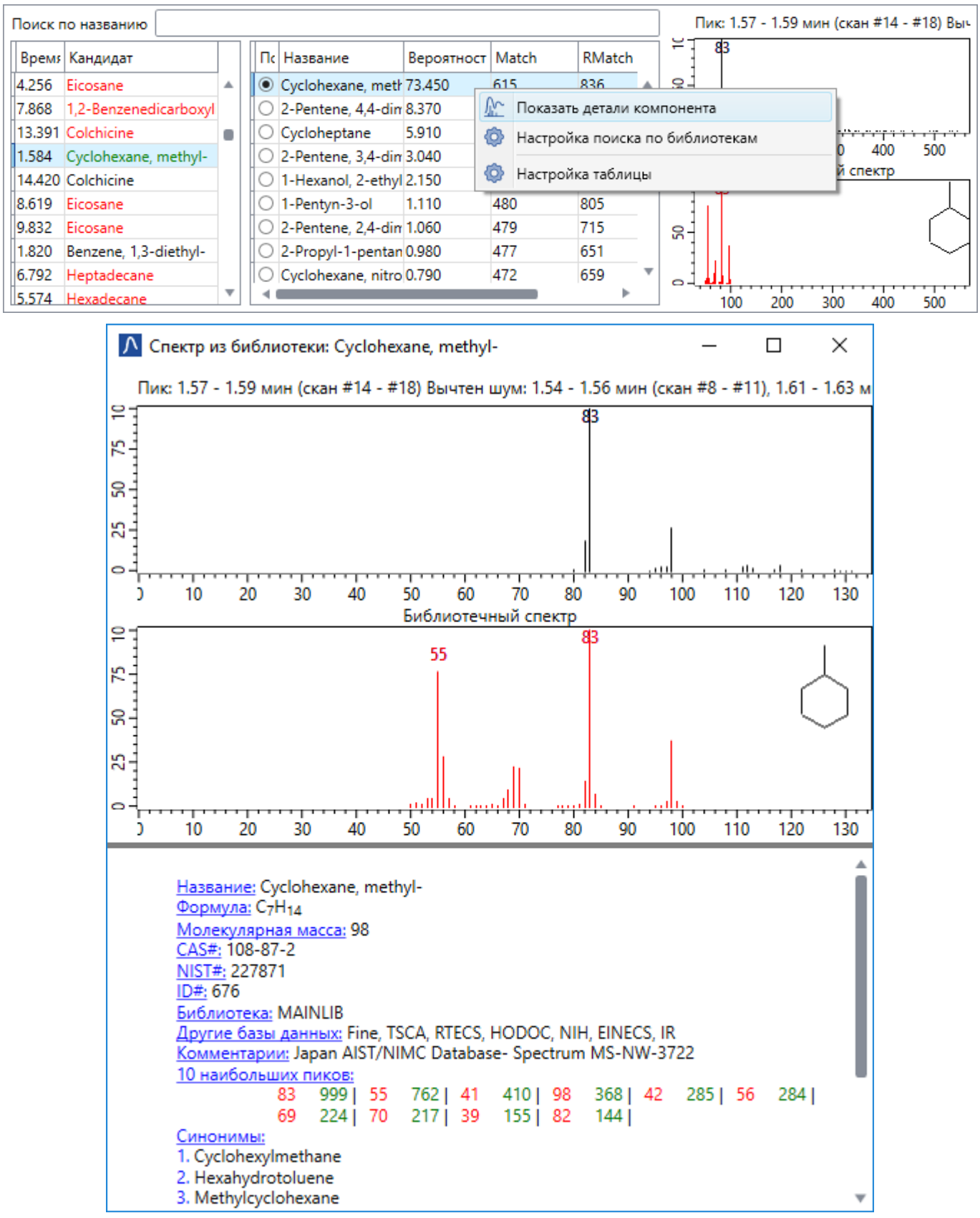


Рисунок 4.116 – Детали компонента

4.6.6 Поиск с известными характеристиками

Поиск по названию:

Если известно название соединения и его необходимо найти среди результатов поиска, после проведения поиска введите его название в строку **Поиск по названию**.

Поиск по названию обновляется при вводе каждого нового символа или удалении уже введенного. Поиск проводится среди всех синонимов всех кандидатов. Строки таблицы кандидатов, содержащие последовательность введенных символов, выделяются зеленым цветом.

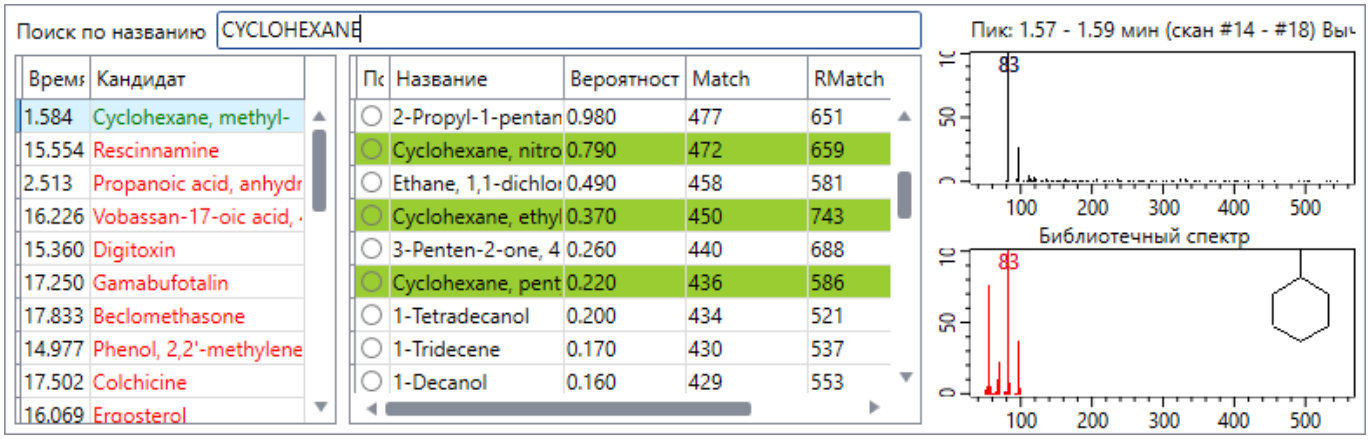


Рисунок 4.117 – Поиск по названию

Поиск по массе:

Если известна масса основного иона вещества, то можно вывести хроматограмму по этому иону для упрощения ручного поиска. Для этого добавьте канал хроматограммы по интересующей массе или диапазону масс.

Из масс-спектрометрических данных можно сформировать практически неограниченное количество хроматограмм, выбирая разные массы или диапазоны масс.

4.6.7 Экспорт МС-данных

Экспорт в CDF

Для того, чтобы преобразовать масс-спектрометрические данные в формат CDF (для обработки в сторонних программах) используйте конвертер MSDX в CDF.

Экспорт в MS Search

Для экспорта в программу "MS Search" из комплекта поставки библиотеки спектров NIST перейдите на закладку **МСД: Спектр**.

Щёлкните правой кнопкой мыши на спектре и выберите в меню пункт – **Экспорт в MS Search**.

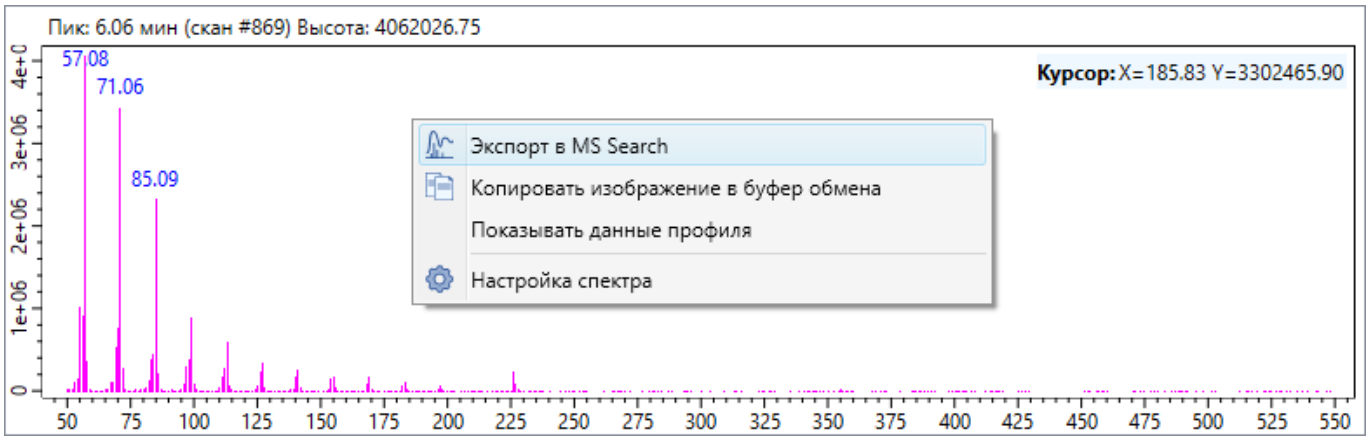


Рисунок 4.118 – Экспорт в "MS Search"

Запустится программа "MS Search".

Чтобы настроить действия, выполняемые при запуске "MS Search", в меню **Options** выберите пункт **Library Search Option**.

В появившемся диалоге перейдите на закладку **Automation**.

За дальнейшей информацией обратитесь к документации на "MS Search".

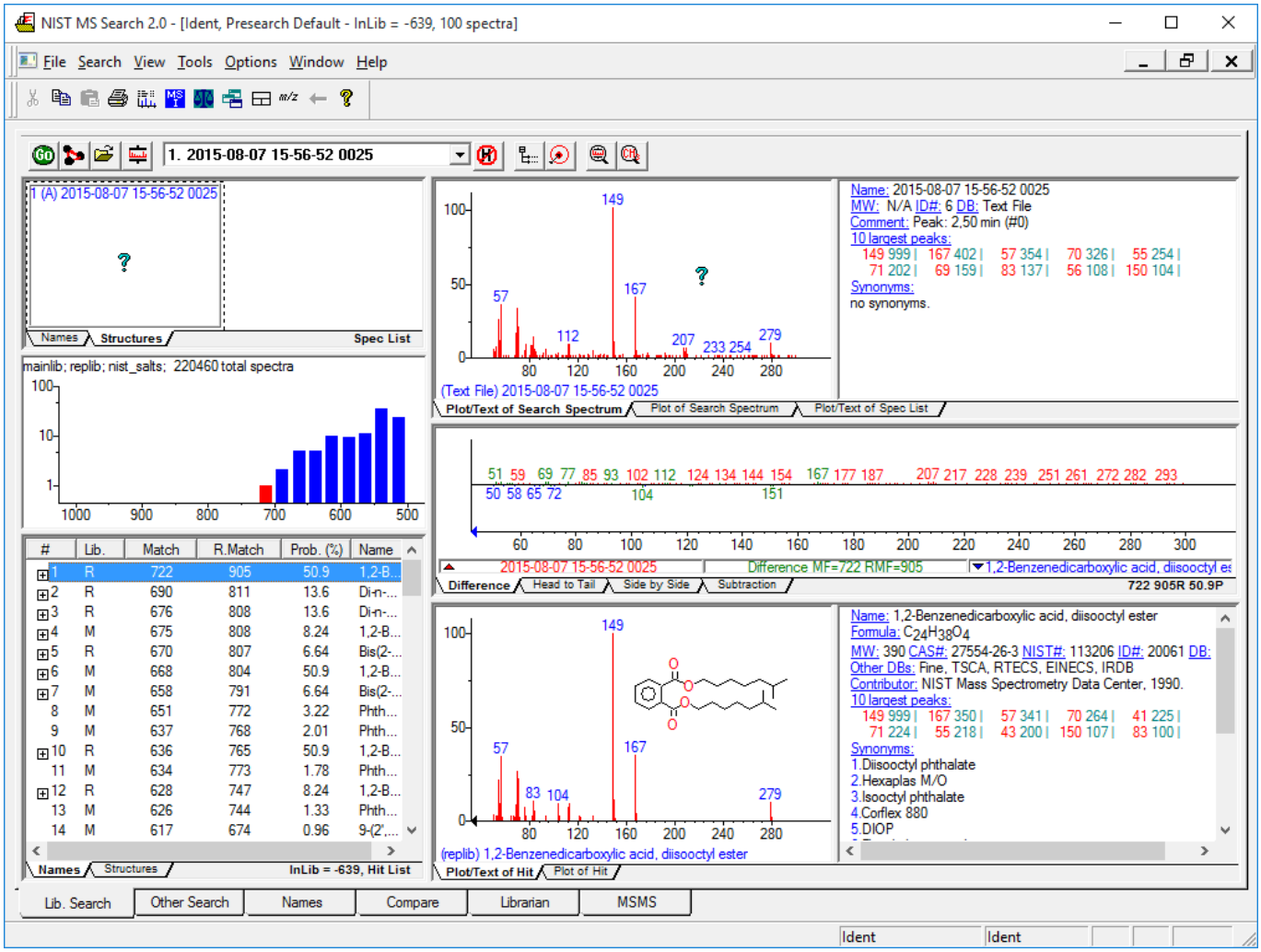


Рисунок 4.119 –"MS Search"

4.7 Количественный анализ

При проведении количественного анализа режим уже не создают с помощью "Панели управления", а загружают в хроматограф из метода.

1. Па панели инструментов прибора нажмите на кнопку **Режим в прибор**.
2. Выберите пункт меню **Применить из метода**.
3. Выберите метод.

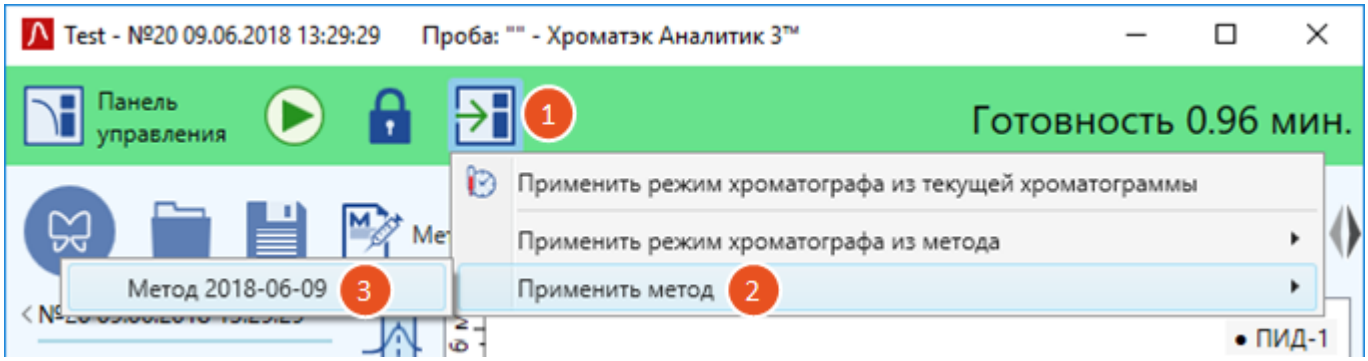


Рисунок 4.120 – Загрузка режима хроматографа из метода

В хроматограф из метода будет передан режим и конфигурация. Программа запоминает, откуда при старте следующего анализа следует загрузить параметры обработки и таблицу компонентов.

Контролируйте этап хроматографа.

Когда хроматограф переходит на этап "Готовность", введите пробу и нажмите на приборе кнопку **СТАРТ**.

Хроматограмму в любой момент можно обработать по любому методу из существующих в проекте.

В некоторых случаях может быть необходимо провести процедуру коррекции хроматограммы (скомпенсировать дрейф нулевой линии, провести фильтрацию и т.д.)

При выполнении обработки по методу в текущую хроматограмму копируются части метода в соответствии с заданными настройками.

Для обработки по методу опция **Сохранять связь с градуировочными хроматограммами** по умолчанию выключена. Это значит, что при выполнении обработки по методу в текущую хроматограмму будут скопированы градуировочные хроматограммы из метода. Если пользователь изменит какие-либо настройки в градуировочной хроматограмме, то на методе это не отразится. Он останется неизменным.

Если исходные градуировочные хроматограммы не были удалены, вы можете восстановить связь. Для этого дважды щёлкните мышью по любой из хроматограмм, выделенных жёлтым цветом, а потом над градуировочным графиком нажмите на кнопку **Вернуться к первоначальной хроматограмме**.

Количественный расчёт автоматически выполнится после окончания анализа. Так же его можно выполнить, не дожидаясь окончания анализа, после выхода интересующих пиков.

4.7.1 Простой анализ

1. Дождитесь выхода хроматографа на этап "Готовность". Введите пробу и нажмите на хроматографе кнопку **СТАРТ**.
2. В появившемся паспорте укажите назначение хроматограммы – **Анализ**. Укажите название пробы, фамилию оператора. Введите количество пробы (объем или масса).
3. Дождитесь выхода всех интересующих компонентов.
4. Нажмите кнопку **Расчёт**.
5. Проверьте правильность разметки пиков. При необходимости скорректируйте разметку вручную.
6. Нажмите кнопку **Расчёт**.
7. Перейдите на закладку **Результат** для просмотра рассчитанных концентраций компонентов.

Если необходимо показать сумму концентраций:

- щелкните правой кнопкой мыши по столбцу **Концентрация**,
- выберите **Столбец: Концентрация / Сумма**.

Знак * перед суммой концентраций означает, что в расчёте приняли участие не все компоненты – из расчёта суммы исключена концентрация внутреннего стандарта.

Если вам необходимо провести параллельные анализы одной и той же пробы и рассчитать средние значения концентраций, воспользуйтесь расширением Расчёт средних.

4.7.2 Анализ с внутренним стандартом

1. Дождитесь выхода хроматографа на этап "Готовность". Введите пробу с добавленным стандартом и нажмите на хроматографе кнопку **СТАРТ**.
2. В появившемся паспорте укажите назначение хроматограммы – **Анализ**. Укажите название пробы, фамилию оператора. Введите количество пробы (объем или масса).
3. В таблице **Компоненты** задайте концентрацию стандарта.
4. Дождитесь выхода всех интересующих компонентов.
5. Нажмите кнопку **Расчёт**.
6. Проверьте правильность разметки пиков. При необходимости скорректируйте разметку вручную.
7. Нажмите кнопку **Расчёт**.
8. Перейдите на закладку **Результат** для просмотра рассчитанных концентраций компонентов.

4.7.3 Количественный анализ по МС-данным

Количественный анализ на масс-спектрометрическом детекторе проводится так же, как и на других детекторах. Единственным отличием является возможность формирования из данных МСД неограниченного количества каналов, соответствующих одному или нескольким ионам, по которым можно провести количественный анализ. Поэтому предварительно необходимо выяснить, какие каналы потребуются для работы. Для этого следует провести качественный анализ по МС-данным.

Выбор наиболее информативного режима работы МСД:

Количественный анализ можно проводить по хроматограмме полного ионного тока (ПИТ или на английском языке TIC – Total Ion Current). Если на этой хроматограмме пик искомого вещества плохо отделен от соседних пиков или имеет низкую интенсивность, то необходимо количественный анализ данного вещества проводить по его характерным ионам.

Если при этом работа в режиме ПИТ не обеспечивает достаточно высокого соотношения сигнал/шум, то необходимо перейти в режим сканирования отдельных ионов (SIM).

Для выбора характерной массы и режима сканирования проведите пробный анализ в режиме ПИТ. Затем проанализируйте хроматограммы по отдельным массам, создав их на закладке Каналы. Можно создавать хроматограммы по сумме нескольких масс. Это может поднять чувствительность.

После того, как вы определились, какие каналы нужны для количественного анализа, создайте метод.

Количественный анализ по созданному методу проводится по общему алгоритму.

Возможно изменение главного иона (для количественного расчёта). Он выбирается из числа ионов, указанных, как "Массы в скане" (см. рисунок ниже).

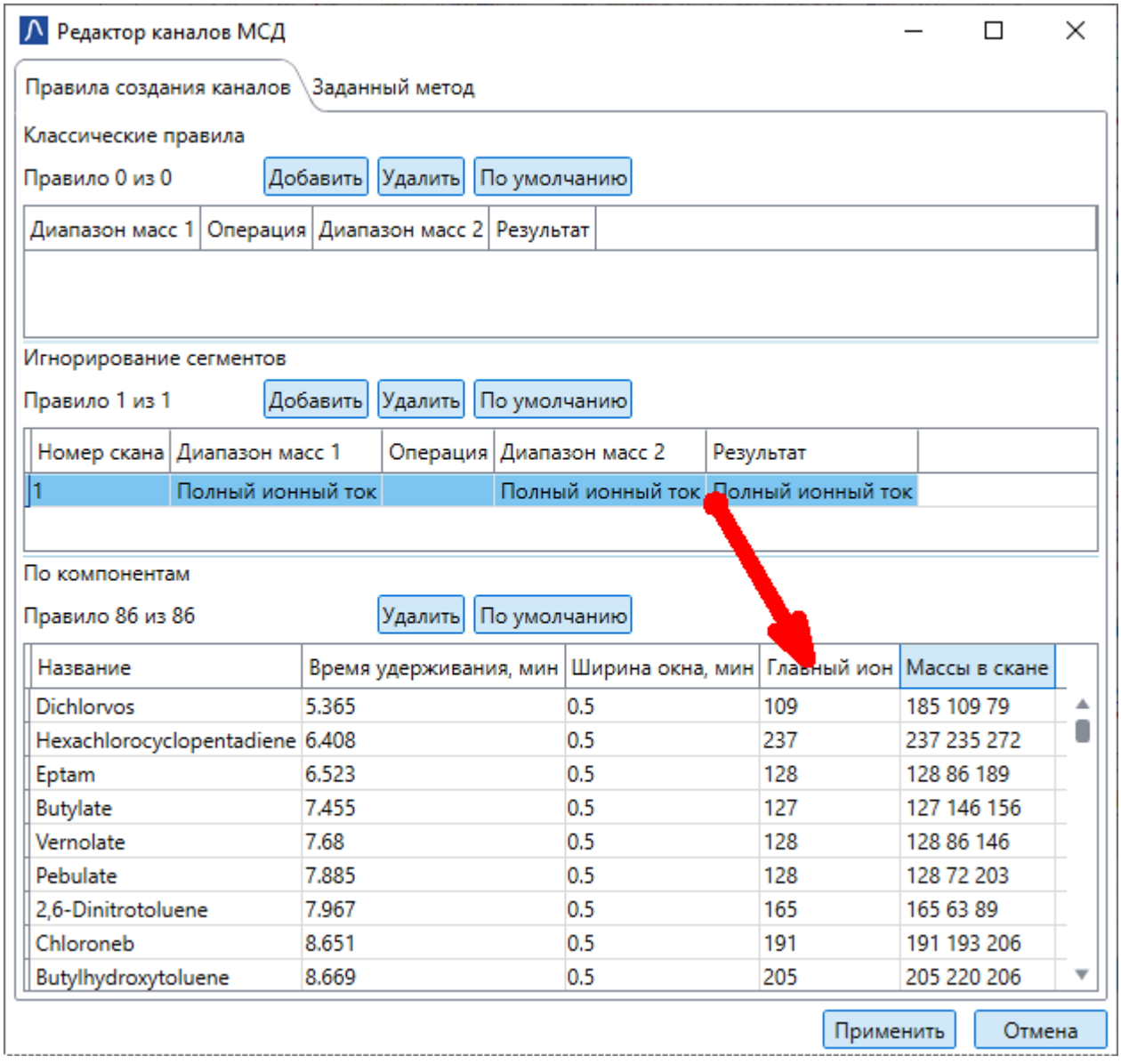


Рисунок 4.121 –Правила создания каналов по МС-данным

4.7.4 Расчёт средних



Для расчёта по нескольким хроматограммам нажмите кнопку **Расчёт средних**.

- В появившемся окне выберите хроматограммы.
- Нажмите **Применить**.
- Оцените результат для каждого компонента.
- Если результат неудовлетворительный, вы можете оценить, какая из хроматограмм негативно влияет на него. Выберите её и оцените разметку соответствующего пика. При необходимости, скорректируйте его.
- Если были внесены изменения, сохраните их.
- Настройте отчёт. Настройки аналогичны отчёту по одиночной хроматограмме.
- Создайте отчёт.

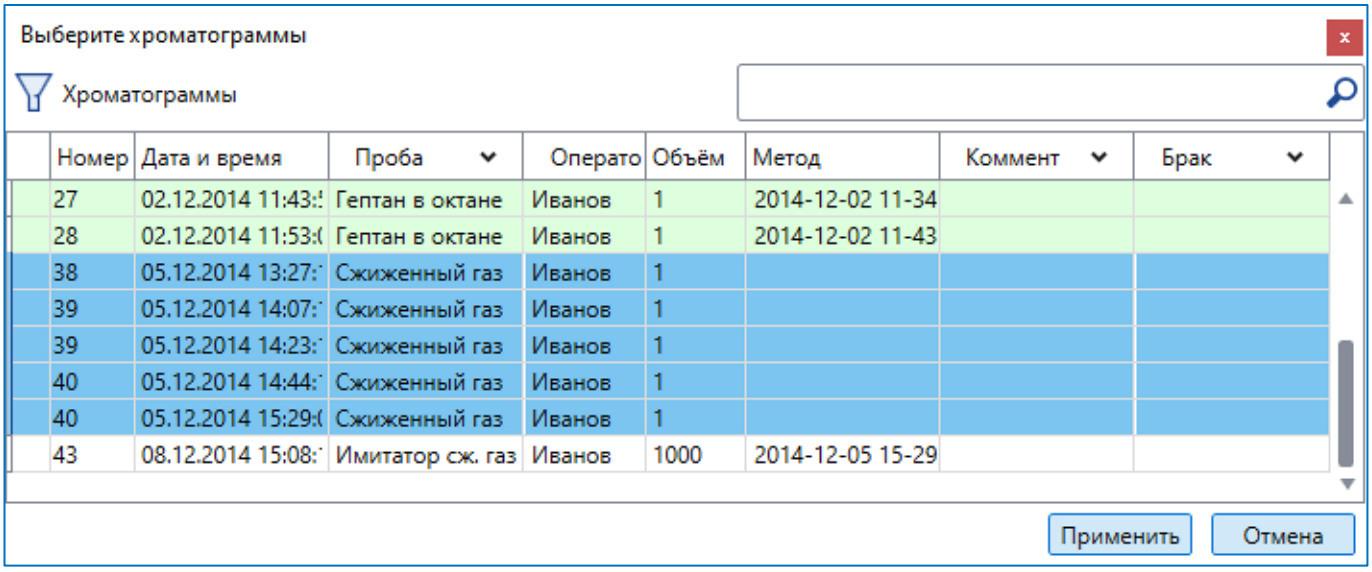


Рисунок 4.122 –Выбор хроматограмм

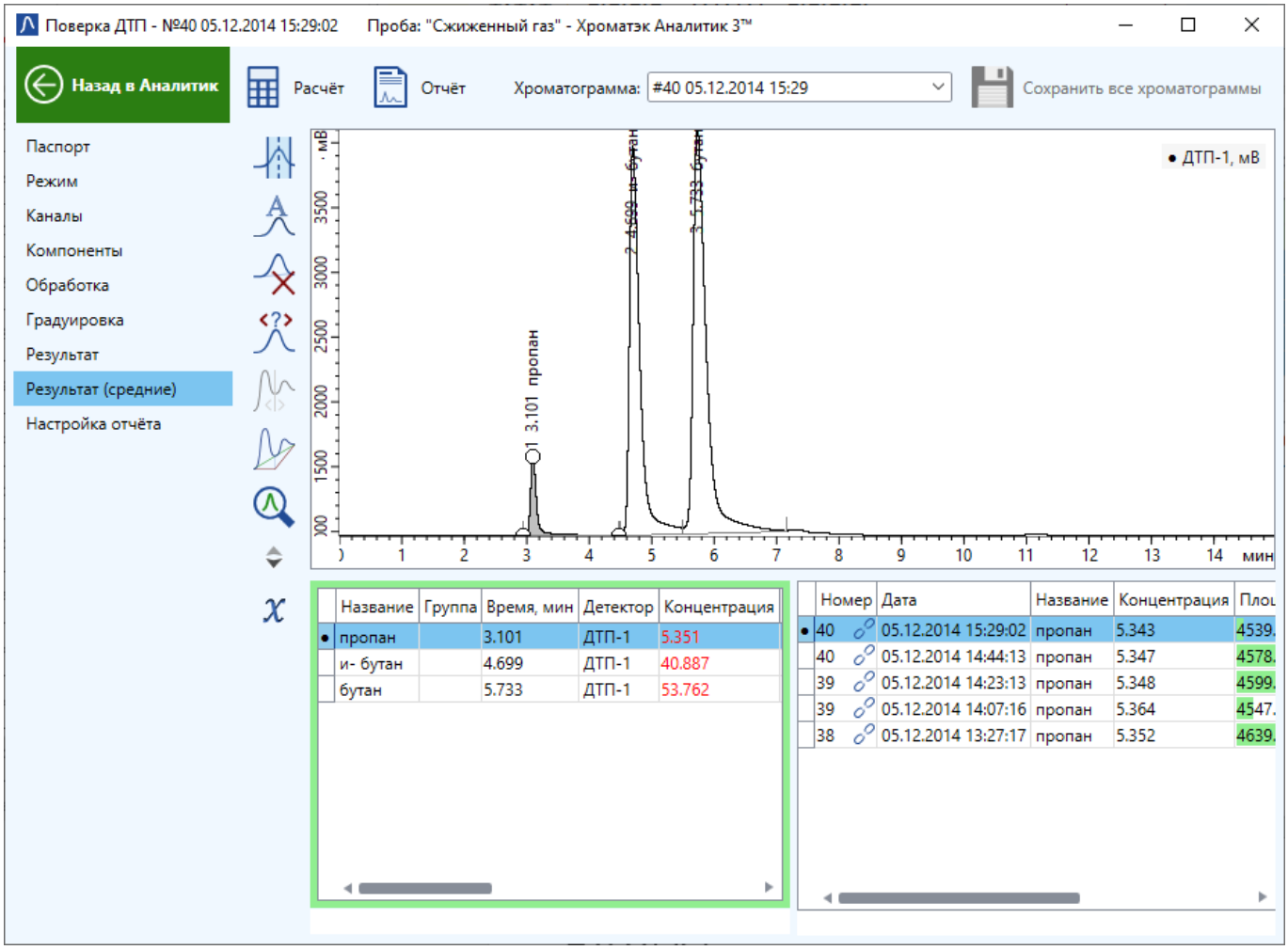


Рисунок 4.123 – Результат расчёта средних

Нажмите кнопку **Назад в Аналитик**.

"Хроматэк Аналитик 3.1" содержит так же расширение Расчёт средних. Это альтернативный способ выполнения расчёта средних, обладающий возможностью расчёта с пользовательскими формулами.

4.8 Отчёт

В "Хроматэк Аналитик 3.1" отчёт может быть создан в нескольких вариантах:

Основной отчёт, версия 2.

Отчёт версии 1, устаревший. Его развитие прекращено, он оставлен для совместимости с ранее созданными шаблонами отчётов. В данном руководстве не рассматривается.

Специальный отчёт в формате XLSX.

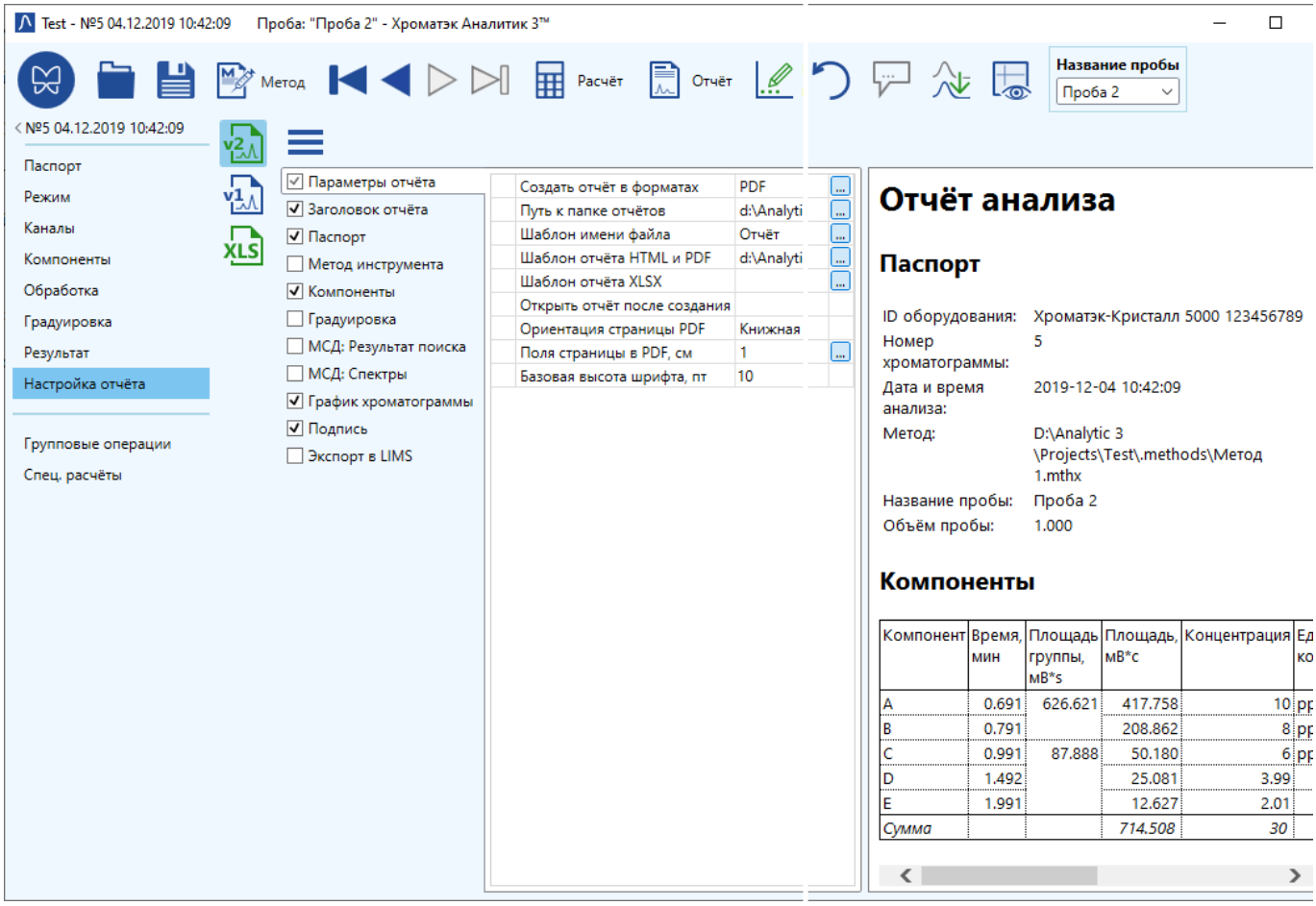


Рисунок 4.124 – Настройки отчёта

В базовом отчёте вы можете включать и выключать секции с помощью галочек в списке слева. Вы можете менять порядок секций, перетаскивая их с помощью мыши.

Справа от списка секций отображаются параметры выделенной секции, а ещё правее – предпросмотр отчёта.

Для некоторых параметров справа находится кнопка **[...]**. Нажав на неё, вы или откроете некое окно или откроете меню. В обоих случаях вы получите доступ к дополнительным настройкам.

Одни параметры можно редактировать непосредственно в списке, а другие нельзя. Это зависит от типа параметра.

Параметры, слева от названия которых расположена галочка, описывают столбцы таблиц отчёта. Они могут быть включены и выключены. Вы можете менять их порядок, перетаскиванием с помощью мыши.

4.8.1 Параметры отчёта

Создать отчёт в форматах. С помощью кнопки **[…]** вы можете выбрать желаемые форматы, в которых будет создан отчёт. Можно выбрать сразу несколько форматов одновременно.

Путь к папке отчётов. Укажите, в какой папке будут сохранены отчёты.

Шаблон имени файла. С помощью кнопки **[…]** вы можете добавить в имя файла переменные:

- Дату и время.
- Название пробы.
- Место отбора пробы.

Помимо переменных имя файла может содержать и постоянный текст.

Шаблон отчёта HTML и PDF. В файле шаблона описываются стили отчёта. Чтобы и изменить, вы должны иметь навыки работы со стилями CSS.

Шаблон отчёта XLSX. Шаблон позволяет настроить подстановку данных, переданных программой "Хроматэк Аналитик", в файл XLSX. Благодаря этому вы можете создать свой собственный дизайн отчёта. "Хроматэк Аналитик" переносит данные в соответствии с настройками на отдельные листы. На них ссылается основной лист шаблона.

Открыть после создания. Если опция включена, то после создания отчёта программа откроет его файл (или несколько файлов, если задано несколько форматов).

Ориентация страницы PDF. На выбор – книжная или альбомная.

Базовая высота шрифта. Шрифт заголовков зависит от базовой высоты.

4.8.1.1 Заголовок отчёта

Здесь вы можете задать сам заголовок, указать дополнительный текст (подзаголовок). Можете выбрать графический файл с логотипом.

HTML-макет заголовка позволяет изменить взаимное расположение заголовка, дополнительного текста и логотипа. Вам потребуются навыки работы с вёрсткой HTML.

4.8.1.2 Паспорт

Здесь вы можете указать, какую информацию о пробе следует вывести в отчёт.

Параметр **С новой страницы** позволяет сделать разрыв страницы перед данной секцией. Актуально только для PDF.

Код образца может быть введён в поле паспорта "Название пробы". Кроме того, можно завести для кода образца отдельное пользовательское поле паспорта.

4.8.1.3 Метод инструмента

Данная секция содержит текстовое описание инструментального метода, по которому записана данная хроматограмма.

4.8.1.4 Компоненты

В этой секции вы можете включить видимость параметров компонентов и пиков.

Компонент может не иметь пик, а пик может не иметь компонент.

С помощью параметра **Фильтр данных** вы можете ограничить выводимые данные:

- **Все пики и компоненты**. В отчёте будут показаны именованные и безымянные пики, а так же записи в таблице компонентов, для которых пик не найден.
- **Только компоненты**. В отчёте не будут показаны безымянные пики.
- **Только компоненты с концентрацией > 0**. Фильтр скрывает компоненты, у которых концентрация не вычислена.
- **Все пики на хроматограмме**. Фильтр скрывает компоненты, для которых на графике нет размеченных пиков.
- **Пики с концентрацией > 0**. Фильтр скрывает компоненты, для которых на графике нет размеченных пиков, а среди оставшихся дополнительно скрывает пики с нулевой концентрацией.

Параметр **Сортировка** задаёт порядок сортировки пиков.

С помощью кнопки **[…]** вы можете задать формат округления там, где это возможно, а также отображение итогов (сумма площадей или концентраций).



С помощью меню вы можете добавить в отчёт дополнительные таблицы компонентов с разными настройками столбцов (число таблиц не ограничено). Это удобно в случае, если нужно вывести много параметров и они не помещаются на лист.



Выберите **Добавить секцию отчёта / Клонировать таблицу компонентов**.

4.8.1.5 Градуировка

При активации в отчёте будет показана градуировочная таблица и график для каждого компонента.

4.8.1.6 МСД: Результаты поиска

При активации в отчёте будет показана таблица результатов поиска по библиотеке спектров.

Эти данные доступны в предпросмотре только после выполнения расчёта.

Столбцы настраиваются аналогично таблице **Компоненты**.

4.8.1.7 МСД: Спектры

При активации в отчёте будут показаны масс-спектры

Эти данные доступны в предпросмотре только после выполнения расчёта.

Здесь вы можете указать, надо ли показывать спектры кандидатов, а также задать высоту графика в сантиметрах.

4.8.1.8 График хроматограммы

Укажите высоту хроматограммы в сантиметрах.

Если на хроматограмме много пиков и они сливаются, можно **разделить** график на несколько частей (они будут расположены одна под другой). Укажите длительность секции в минутах.

Если у вас есть цветной принтер, вы можете печатать многоканальную хроматограмму на одном графике. Для это включите соответствующую опцию.

Настройте стиль отображения хроматограмм:

- Отдельный график для канала.
- Отдельный график для канала без самого высокого пика. Удобно для хроматограмм, где важны пики микропримесей, а высокий пик растворителя не представляет интереса.
- Все каналы на одном графике.
- Отдельный график для пика.

4.8.1.9 Подпись

Вы может указать расположение подписи (слева, справа) и настроить отображение QR-кода.

4.8.1.10 Экспорт в LIMS

Подробно об этом см. соответствующее руководство.

4.8.2 Создание отчёта



Чтобы создать отчёт в соответствии с заданными настройками, нажмите на верхней панели инструментов кнопку **Отчёт**.

4.8.3 Хранение отчётов в электронном виде

По умолчанию "Хроматэк Аналитик" сохраняет отчеты в папку **[Диск]:\Analytic 3\Reports**. Вы можете указать другую папку в настройках отчета. Допускается создание вложенных папок. Уровень вложений не ограничен.

Не рекомендуется сохранять отчеты вне хранилища данных "Хроматэк Аналитик", поскольку в этом случае невозможно организовать работу в соответствии с принципами GLP.

Папка отчетов, как и проекты может быть защищена от изменения сторонним программным обеспечением.

Для просмотра отчетов в "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Отчёты** в группе параметров **Обработка данных**. В хранилище отчетов автоматически добавляются отчёты по журналам аудита и по идентификации ПО.

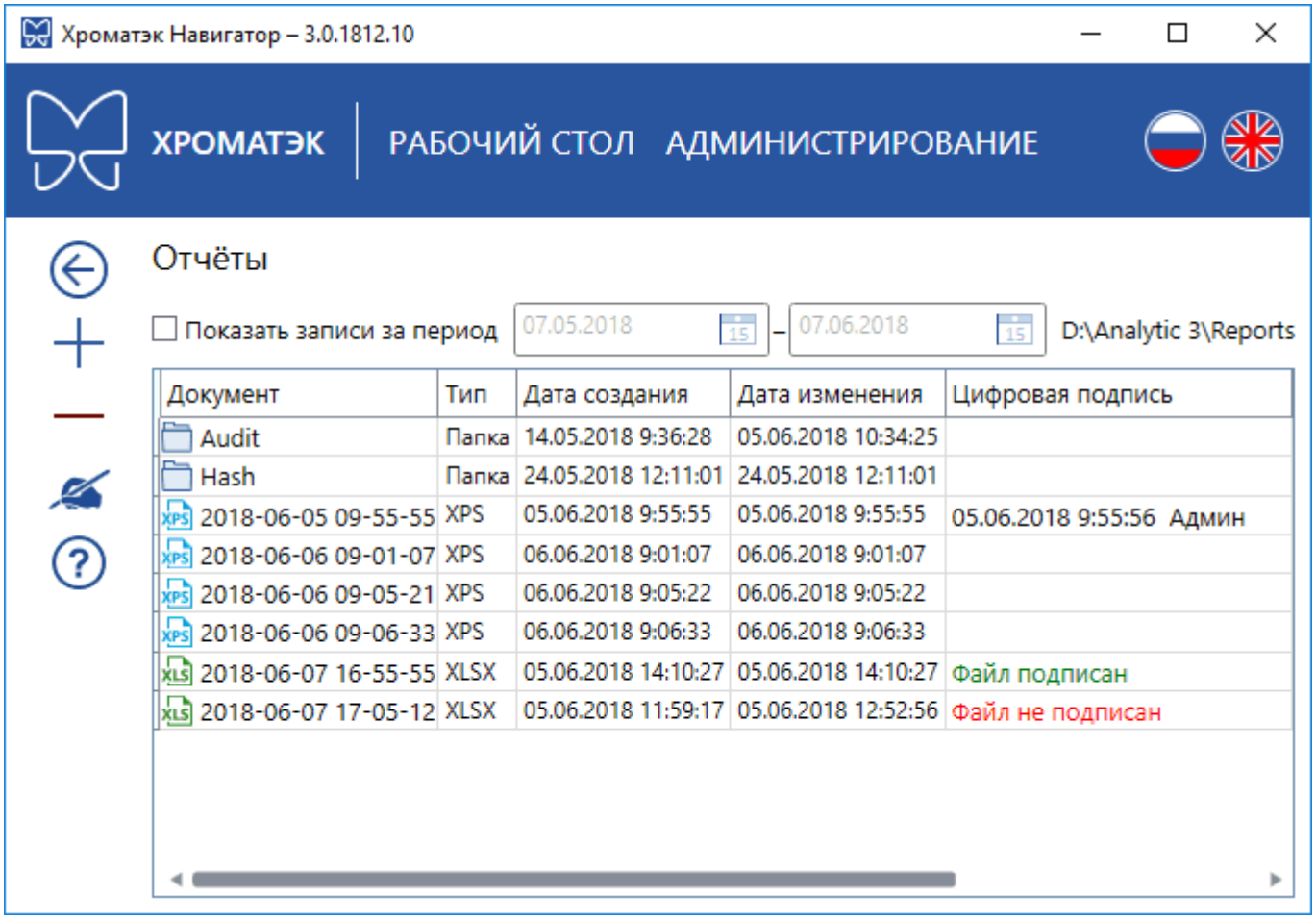


Рисунок 4.125 – Хранилище отчётов

4.8.3.1 Добавление новой папки отчётов

Вы можете добавить в хранилище отчетов неограниченное количество подпапок. Нажмите на кнопку добавления.

- Выберите пункт меню – **Создать новую папку**.
- Введите имя папки и Нажмите на кнопку **Создать**.

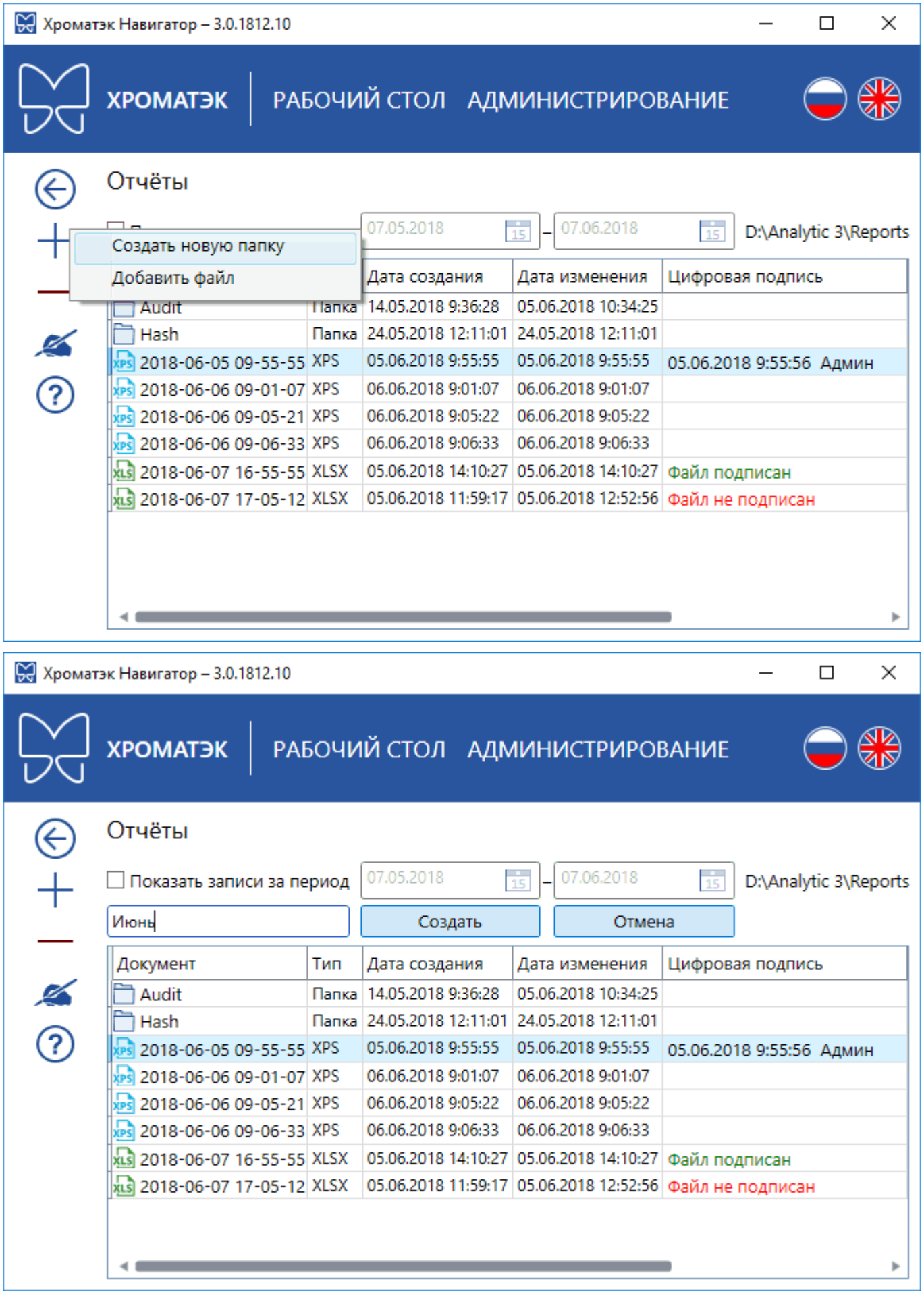


Рисунок 4.126 – Добавление новой папки

4.8.3.2 Добавление шаблонов

Если вы получили по электронной почте новый шаблон отчета, созданный по заказу, его необходимо скопировать в папку **[Диск]:\Analytic 3\Templates\Analytic3**1.

Однако, если хранилище данных закрыто для доступа сторонним программным обеспечением (в том числе и файловыми менеджерами), вы сможете добавить шаблон с помощью соответствующей функции "Хроматэк Навигатор".

- Включите опцию – Показать шаблоны отчетов.
- Перейдите в папку – Analytic31.

Нажмите на кнопку добавления.

- Выберите пункт меню – **Добавить файл**.

Далее выберите интересующий файл шаблона.

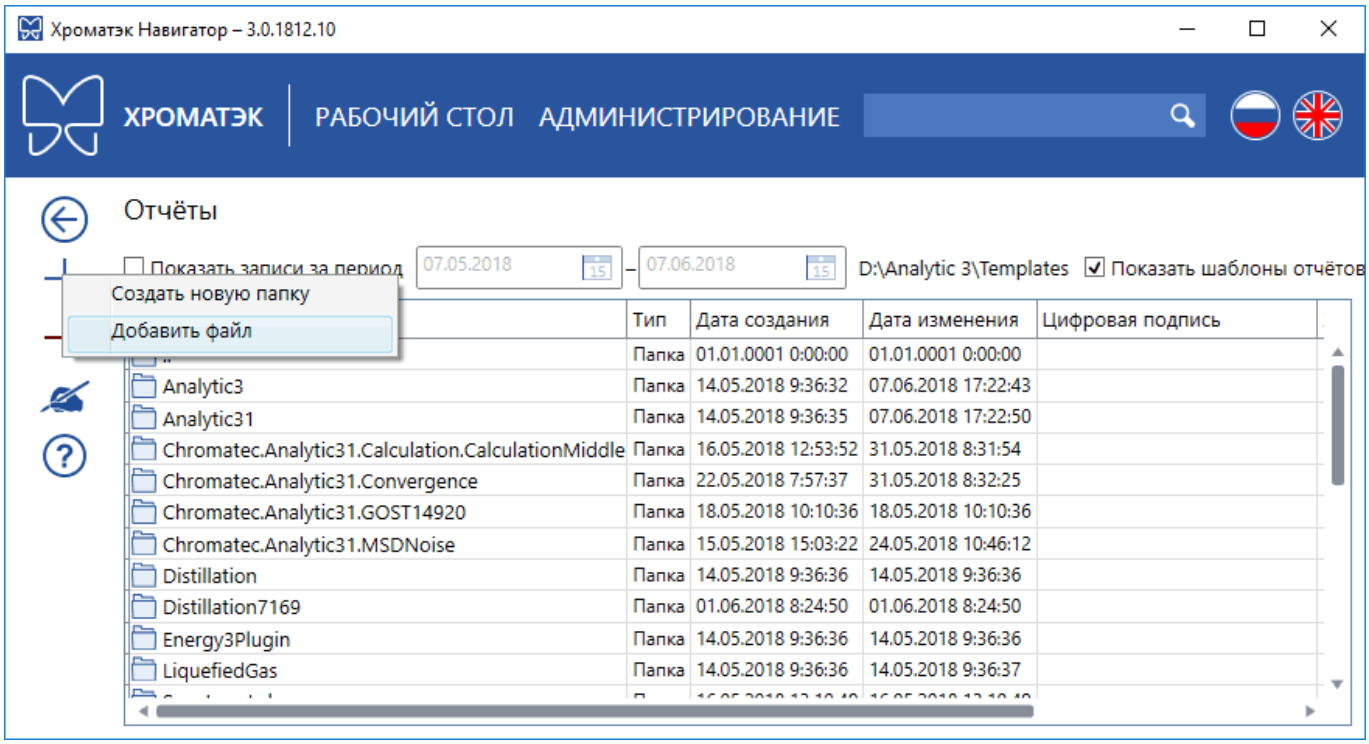


Рисунок 4.127 – Добавление шаблона отчёта

4.9 Сохранение хроматограмм

Сохранение изменений, сделанных оператором в хроматограмме происходит автоматически в следующих случаях:

- При старте нового анализа.
- При загрузке другой хроматограммы.
- При выполнении расчёта.
- При выходе из программы.



Так же хроматограмму можно сохранить принудительно в любой момент.

4.10 Удаление хроматограмм

Удаление хроматограмм средствами "Хроматэк Аналитик" не предусмотрено.

Чтобы удалить хроматограмму, используйте любой доступный файловый менеджер.

Быстро открыть текущий проект в "Проводнике Windows" можно, нажав в "Хроматэк Аналитик" комбинацию клавиш – **CTRL + ALT + O**. Текущая хроматограмма будет выделена, и вы можете её удалить клавишей **DELETE** или через контекстное меню "Проводника".

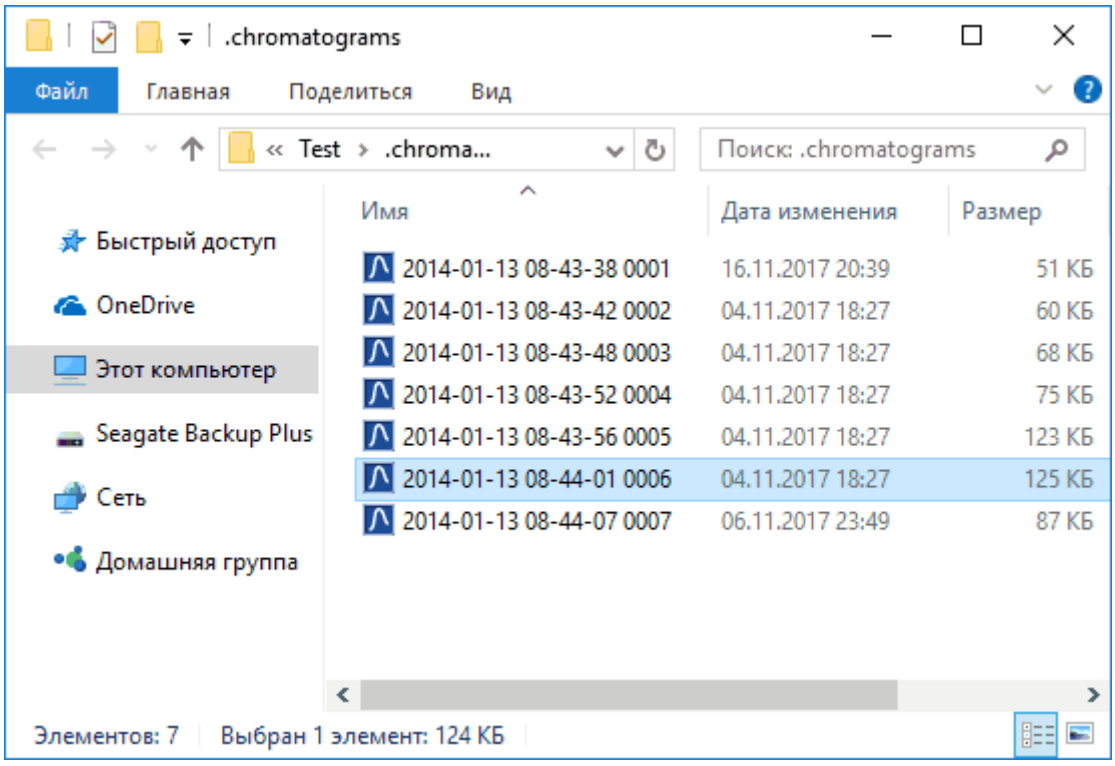


Рисунок 4.128 – Открыть текущий проект в Проводнике

Если включена опция GLP и защита данных от удаления, то удалить хроматограмму невозможно так же и с помощью стороннего программного обеспечения.

5 ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ МОДУЛИ ОБРАБОТКИ

В программе "Хроматэк Аналитик" проводится количественное определение состава пробы. Результат работы программы – концентрации компонентов пробы.

Нередко требуется не только вычислить концентрации компонентов, но и выполнить какие-либо дополнительные операции с полученными хроматографическими или масс-спектрометрическими данными.

Подобные задачи в "Хроматэк Аналитик" можно выполнить с помощью программных модулей двух типов:

Процессы. Программные модули, **работающие с текущей открытой хроматограммой**. Могут выполнять расчёты по специфическим алгоритмам и формулам (чаще всего, по определённым нормативным документам), различные сервисные операции, экспорт и импорт данных.

Расширения. Программные модули, которые отличаются от процессов тем, что **работают с группами хроматограмм**.

По способу выполнения процессы делятся на два типа:

- **Процессы, выполняемые автоматически**. Они добавляются в очередь обработки и выполняются при окончании анализа или в любой другой момент, когда выполняется команда **Расчёт**.
- **Процессы, выполняемые по команде оператора**. Их запуск нельзя автоматизировать. Они запускаются или из главного меню, или с помощью отдельной кнопки, которую можно добавить на верхнюю панель инструментов.

Расположение процесса в очереди обработки определяется его назначением. Некоторые процессы можно перемещать с помощью мыши в пределах последовательности, но для большинства положение фиксированное и не может быть изменено.

Расширения могут быть встроенными и внешними. Встроенные расширения всегда поставляются в составе "Хроматэк Аналитик". Внешние поставляются по отдельному заказу.

Если на диске с ПО "Хроматэк Аналитик" присутствует какая-либо из перечисленных в таблице программ, её установка выполняется автоматически вместе с "Хроматэк Аналитик".

5.1 Добавление процесса в очередь обработки

Для добавления процесса в очередь обработки:

- Перейдите на страницу **Обработка**.
- Нажмите кнопку **Добавить** на боковой панели.
- В появившемся меню выберите группу – **Расчёт**, **Разметка**, **Сервис** или **Экспорт**.
- Далее выберите интересующий процесс и настройте его параметры.

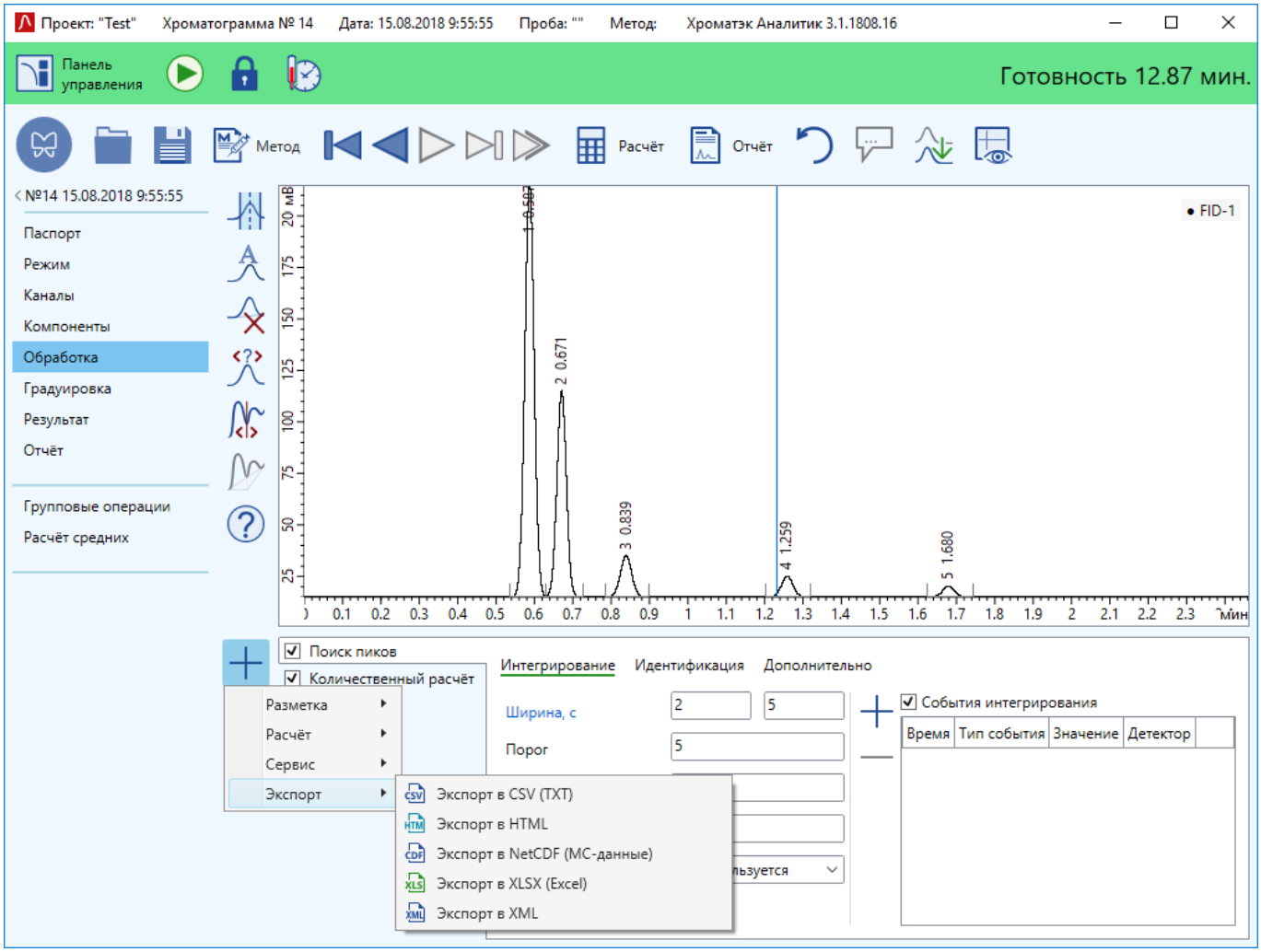


Рисунок 5.1 – Добавление процесса в очередь обработки

Если вам необходимо выполнить какой-либо специфический расчёт, вы можете заказать его разработку, написав заявку (в свободной форме) по электронной почте soft@chromatec.ru. В большинстве случаев разработка таких специализированных расчётов выполняется бесплатно. Вам будет выслан файл, содержащий расчёт и инструкции по его использованию.

После настройки дополнительных операций обработки выполните **расчёт**.

Процессы сохраняются в методе.

5.2 Процессы группы Расчёты

Процессы данной группы предназначены для выполнения специфических расчётов. Они могут быть добавлены в очередь обработки:

- до количественного расчёта – в этом случае процессы проводят предварительные вычисления, которые потом используются процессом "Количественный расчёт".
- после количественного расчёта – в этом случае процессы выполняют дополнительные вычисления, получая в качестве входных данных концентрации компонентов, вычисленные процессом "Количественный расчёт".

5.2.1 Расчёт по формулам пользователя

Если вы применяете формулы пользователя, то для того, чтобы по ним выполняется расчёт в очередь необходимо добавить процесс **Расчёт по формулам пользователя**.

Его расположение в очереди может быть любым, но следует помнить, что он должен располагаться после процессов, которые формируют входные данные для ваших формул. В большинстве случаев этот процесс следует расположить последним.

Обратите внимание, в этом процессе задаются формулы расчёта **общих параметров хроматограммы**! Формулы для расчёта параметров компонента задаются в таблице Компоненты.

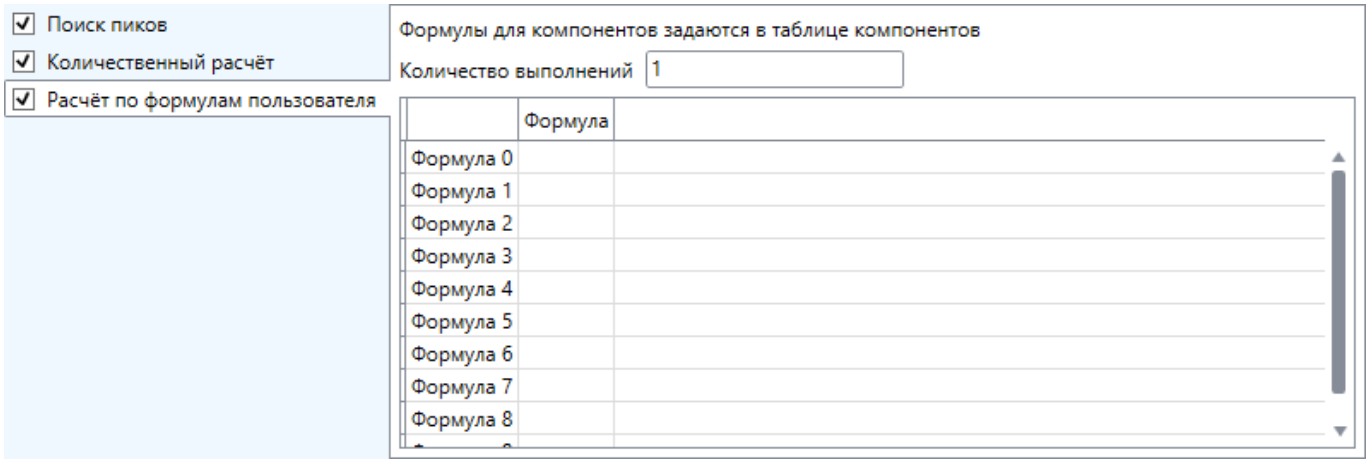


Рисунок 5.2 – Настройки процесса "Расчёт по формулам пользователя"

Значение параметра **Количество выполнений** зависит от того, сколько вы используете пользовательских формул, вызываемых одна из другой.

5.2.2 Расчёт анализа воздуха

Процесс применяется для пересчета концентраций веществ, предварительно сконцентрированных из воздуха на сорбент при анализах воздуха с термодесорбером.

При добавлении этой операции в очередь обработки, в паспорте хроматограммы появляются следующие поля:

- Объём экстракта.
- Объём пробы.
- Температура пробы при пробоотборе, °C.
- Давление пробы при пробоотборе, кПа.

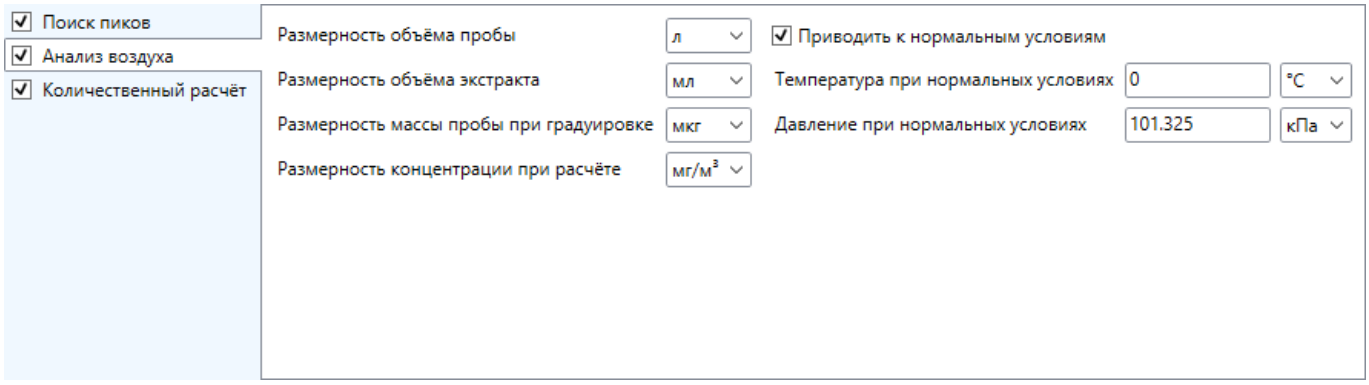


Рисунок 5.3 – Настройки процесса "Анализ воздуха"

Эти поля заполняются при каждом анализе. Прочие настройки задаются только один раз, при включении операции в очередь:

Размерность объёма пробы – единицы измерения Объёма воздуха, прокаченного через сорбент при пробоотборе.

Размерность объёма экстракта – единицы измерения Объёма экстракта, полученного при смыве анализируемых веществ с сорбента при помощи растворителя. При использовании термодесорбции данная опция устанавливается по умолчанию (мкл).

Размерность массы пробы при градуировке – единицы измерения массы анализируемых веществ, введенных в прибор при градуировке. Например, градуировочный раствор с концентрацией 1 мг/мл вводится микрошприцем Объёмом 1 мкл. Таким образом в 1 мкл градуировочного раствора будет содержаться 1 мкг вещества, что соответствует концентрации 1 мкг/мкл. Размерность массы пробы при градуировке будет мкг.

Размерность концентрации при расчёте – единицы измерения концентраций анализируемых веществ в воздухе. Данная опция должна соответствовать единицам измерения в таблице Компоненты.

Галочка **Приводить к нормальным условиям** устанавливается для пересчета Объёма прокаченного воздуха к нормальным условиям. По умолчанию нормальными условиями считается температура 0 °C и давление 101,325 кПа. При использовании аспиратора, который определяет Объём воздуха при нормальных условиях (например, Хроматэк ПВ-2) данная опция не используется.

5.2.3 Объём газовой пробы

Процесс применяется для учета температуры и давления газовой пробы при вводе в хроматограф.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Задайте Объём петли крана.
- Задайте давление и температуру при стандартных условиях, выберите единицы измерения.
- Если в петле крана поддерживается атмосферное давление, введите его значение или включите опцию с датчика (если он установлен в хроматографе).
- Если в петле крана поддерживается избыточное давление, задайте его значение или включите опцию Давление задается РРГ и выберите газовый регулятор, который его формирует.
- Задайте температуру крана.

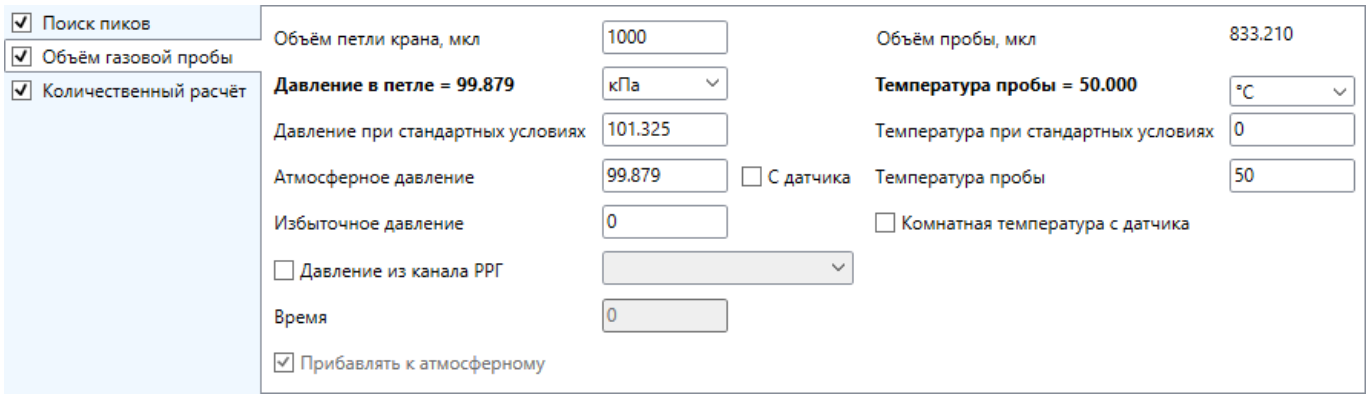


Рисунок 5.4 – Настройки процесса "Объём газовой пробы "

5.2.4 Раздельная нормализация

Процесс позволяет проводить раздельную нормализацию концентраций на каждом из каналов.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Укажите, какие каналы нужно раздельно нормализовать.
- Укажите процент, который составляет сумма площадей пиков на каждом канале.

5.2.5 Расчёт параметров пиков

"Хроматэк Аналитик" позволяет автоматически вычислять следующие параметры хроматографических пиков:

- Сигнал/Шум
- Ширина пиков на половине высоты
- Количество теоретических тарелок
- Разрешение пиков
- Асимметрия пиков

Для их расчёта добавьте операцию **Параметры пиков** в очередь операций обработки.

Для вычисления отношения **Сигнал/Шум** укажите интервал поиска шума. Его можно указать явно или задать автопоиск.

Выбор хроматографа и детектора в данном случае не имеет значения. Эти параметры задаются при проведении поверки, а здесь отображаются, поскольку процессы **Параметры пиков** и **Поверка** используют общие элементы интерфейса.

Результат расчёта выводится на одноименной закладке главного окна. Для отображения столбцов параметров пиков необходимо предварительно включить их видимость в настройках таблиц.

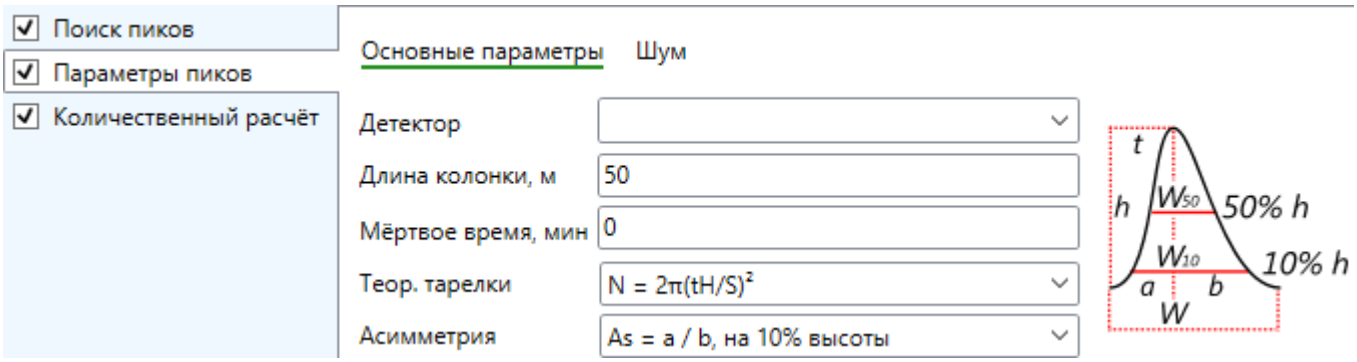


Рисунок 5.5 – Настройки процесса "Параметры пиков. Шум"

Для расчёта числа теоретических тарелок перейдите на закладку **Теор. тарелки**. Задайте длину колонки.

Вы можете выбрать следующие формулы для расчёта тарелок:

$$N = 2\pi\left(\frac{t \times h}{S}\right)^2$$ Метод площадей и высот

$$N = 5.54\left(\frac{t}{W_{0.5}}\right)^2$$ Метод ширины на половине высоты

$$N = 16\left(\frac{t}{W}\right)^2$$ Тангенциальный метод

$$N = 47.1\frac{\left(\frac{t}{W_{0.1}}\right)^2}{\frac{b_{0.1}}{a_{0.1}} + 1.25}$$ Метод экспоненциально-модифицированной гауссианы

Где:

t – время удерживания, мин.

h – высота, мВ.

S – площадь i-го пика, мВ*с.

W – ширина пика на 13.4% высоты.

$W_{0.5}$ – ширина пика на половине высоты, мин.

$W_{0.1}$ – ширина пика на 10% высоты, мин.

$a_{0.1}$ – ширина левой половины пика на 10% высоты.

$b_{0.1}$ – ширина правой половины пика на 10% высоты.

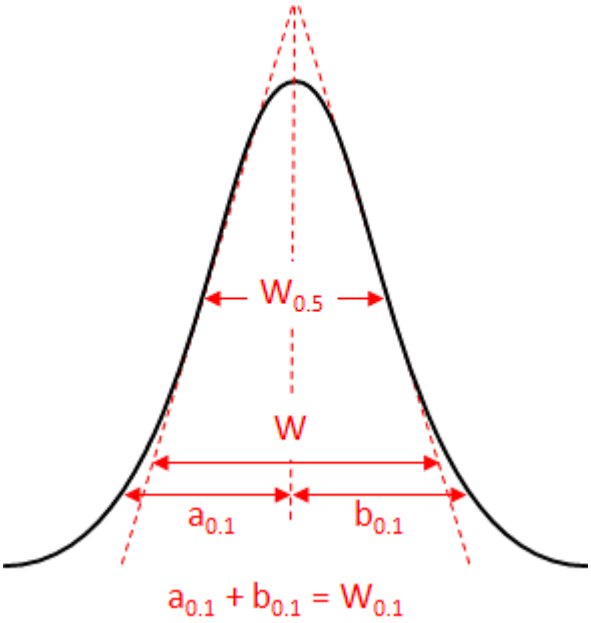


Рисунок 5.6 – Параметры пика

Рекомендуется применять метод ширины на половине высоты, поскольку этот параметр может быть вычислен наиболее точно для случая неполностью разделённых пиков.

Количество теоретических тарелок на метр длины вычисляется по формуле:

$$N' = \frac{N}{L}$$

Где:

L – длина колонки, м.

Разрешение (степень разделения) пиков вычисляется по формуле:

$$R = \frac{2(t_2 - t_1)}{1.699(W_2 + W_1)}$$

Где:

t_1 и t_2 – времена удерживания первого и второго пиков.

W_1 – ширина на половине высоты первого пика.

W_2 – ширина на половине высоты второго пика.

В литературе по хроматографии часто фигурирует другая формула расчёта:

$$R = \frac{2(t_2 - t_1)}{\lambda_2 + \lambda_1}$$

Где:

λ_1 и λ_2 – ширина у основания первого и второго пика.

Значение разрешения вычисляется для пиков n и n+1, где n – порядковый номер текущего пика.

5.2.6 Расчёт концентрации внутреннего стандарта

Процесс применяется для расчёта концентрации внутреннего стандарта по Объёму раствора и массе стандарта.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Задайте название компонента-стандарта.
- Задайте Объём раствора в мл.
- В паспорте хроматограммы укажите массу стандарта в мг.

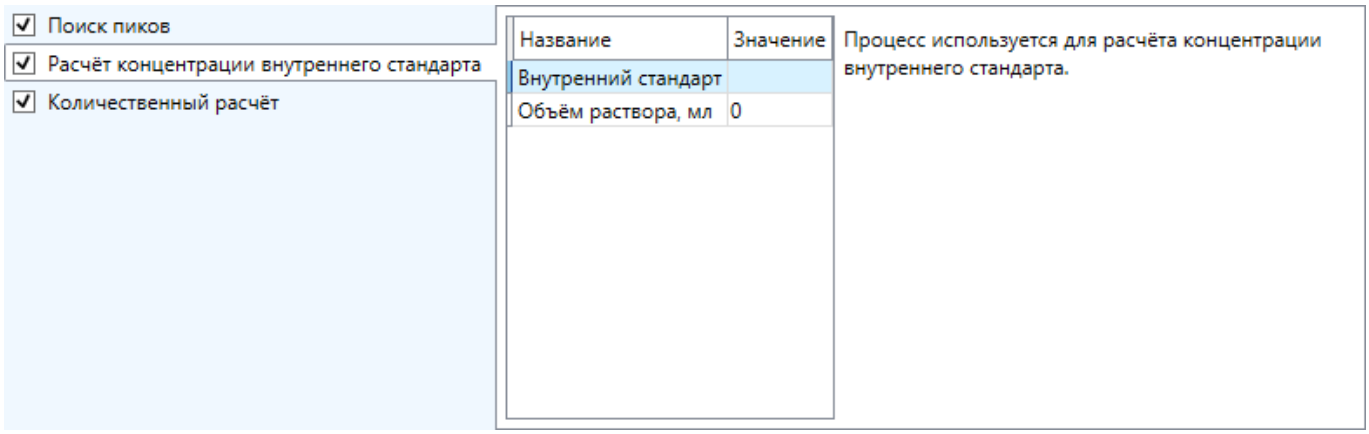


Рисунок 5.7 – Настройки процесса "Расчёт концентрации внутреннего стандарта"

5.2.7 Расчёт разведения ССЖ (спиртосодержащих жидкостей)

Процесс применяется для перерасчёта концентраций компонентов на безводный спирт при проведении анализов микропримесей в спиртосодержащих жидкостях.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Укажите процентное содержание этанола в пробе.

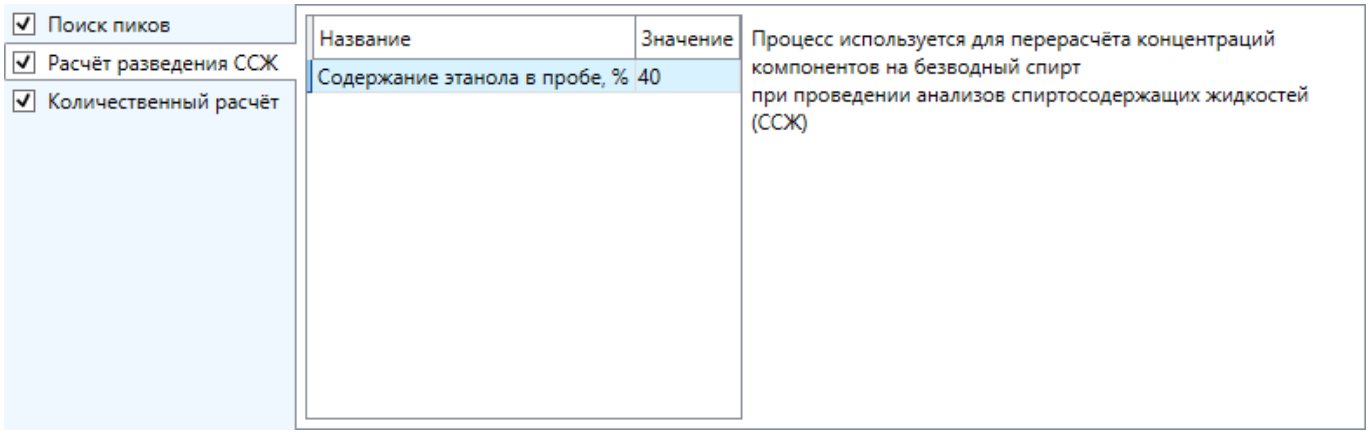


Рисунок 5.8 – Настройки процесса "Расчёт разведения ССЖ"

5.2.8 Расчёт по ГОСТ 10679

Процесс применяется для расчёта допустимого расхождения концентраций компонентов между двумя параллельными анализами сжиженного газа по ГОСТ 10679-76.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Операция не имеет настроек.

5.2.9 Расчёт по ГОСТ 14920

Процесс применяется для корректировки расчёта компонентного состава сухого газа по ГОСТ 14920 и оценки сходимости.

Добавьте процесс в очередь обработки

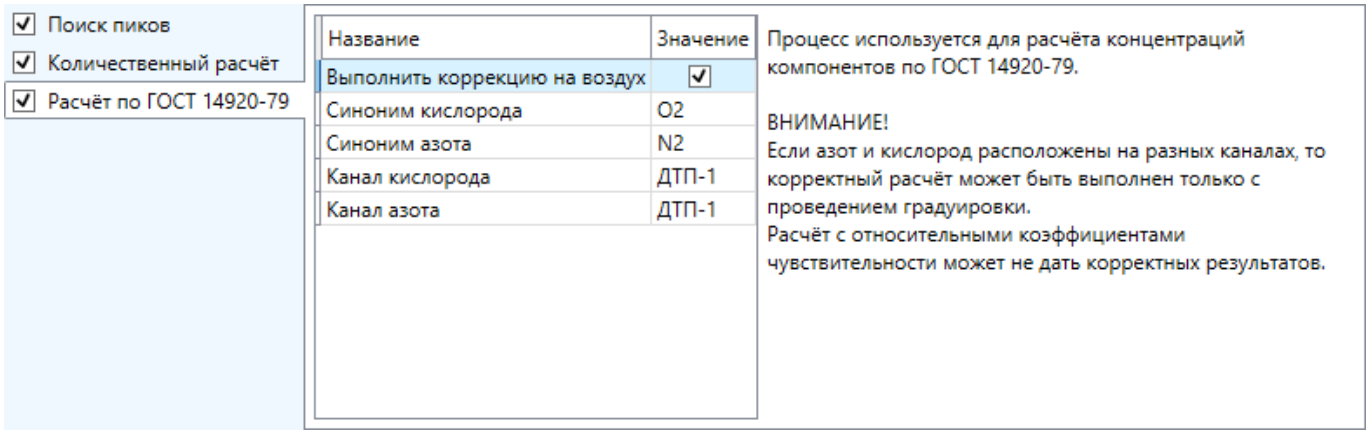


Рисунок 5.9 – Настройки процесса "Расчёт по ГОСТ 14920"

5.2.10 Расчёт по ГОСТ 32918 (50802)

Процесс применяется для расчёта массы серосодержащих компонентов в градуировочной смеси, оценки правильности проведения градуировки и проверки повторяемости в параллельных анализах по ГОСТ 32918-2014 или ГОСТ 50802-95.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Укажите единицы измерения концентраций при градуировке (**указанные в паспорте на градуировочную смесь**).
- Выберите газ-разбавитель в градуировочной смеси.
- Выберите стандарт для расчёта – ГОСТ 32918-2014 или ГОСТ 50802-95.

На закладке **Паспорт** в поле **Объём** в данном случае вводится **масса пробы** (мг). При градуировке данный параметр должен быть равен 1.

Объём пробы (мкл) следует вводить в дополнительном поле (см. рисунок ниже).

При проведении анализов указывайте плотность нефти (г/см^3). При проведении градуировки этот параметр ни на что не влияет.

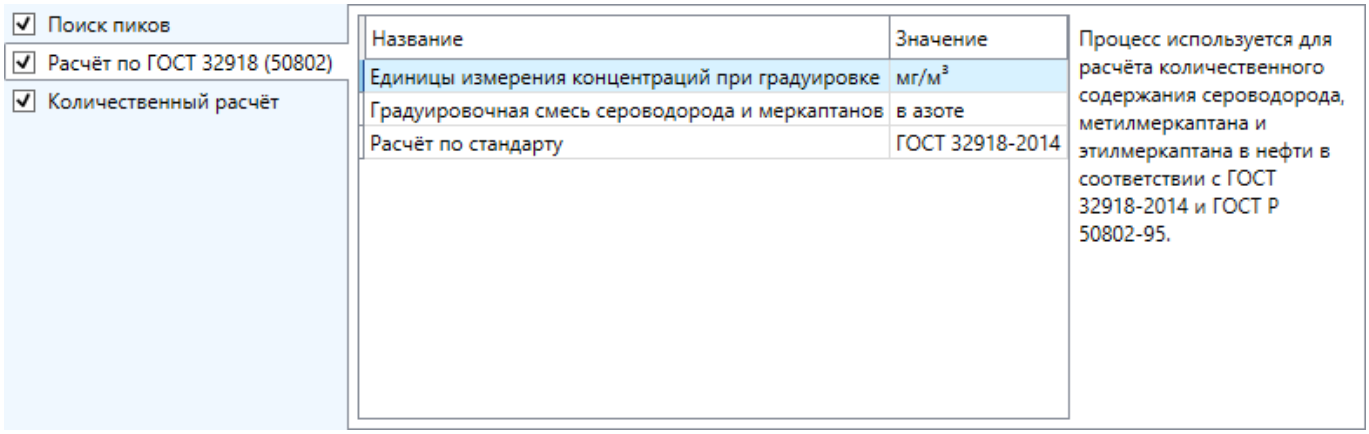


Рисунок 5.10 – Настройки процесса "Расчёт по ГОСТ 32918 (50802)"

На закладке **Компоненты** концентрацию, указанную в паспорте на баллон (без пересчета!) вводите в столбце **Концентрация исходная**.

В столбце **Концентрация** ничего вводить не нужно, программа вычислит данный параметр сама.

В столбце **Ед. измерения** укажите – **нг**.

Расширение выполняет пересчет концентраций компонентов в градуировочной смеси в нанограммы.

Если концентрация компонентов в паспорте на пробу указана в мг/м³, то масса введенного серосодержащего компонента в нанограммах вычисляется по формуле:

$$m_c = C_c \cdot V_c$$

Где:

m_c – масса введенного серосодержащего компонента, нг,

C_c – концентрация серосодержащего компонента в стандартном образце, мг/м^3,

V_C – объём пробы, введённой в хроматограф, мл.

Если концентрация компонентов в паспорте на пробу указана в объёмных ppm, то масса введенного серосодержащего компонента в нанограммах вычисляется по формуле:

$$m_c = \frac{C_c \cdot M \cdot V_c}{V_m}$$

Где:

m_C – масса введенного серосодержащего компонента, нг,

M – молярная масса,

C_C – концентрация серосодержащего компонента в стандартном образце, ppmV

V_C – объём пробы, введённой в хроматограф, мл.

V_m – молярный Объём,

$$V_m = 22.4 \frac{101.325}{P} \left(\frac{273 + t}{273}\right)$$

Где:

P – давление пробы, кПа,

t – температура пробы, °C

$$P = P_{\text{атмосферное}} + P_{\text{избыточное}}$$

Если концентрация компонентов в паспорте на пробу указана в объёмных %, то масса введенного серосодержащего компонента в нанограммах вычисляется по формуле:

$$m_c = 10^{-4} \frac{C_c \cdot M \cdot V_c}{V_m}$$

Где:

C_C – концентрация серосодержащего компонента в стандартном образце, об.%.

Молярная масса:

- Сероводород (H2S) – 34.082,
- Метилмеркаптан (CH3SH) – 48.11;
- Этилмеркаптан (C2H5SH) – 62.1.

Для контроля градуировки расчётную концентрацию вычисляют в массовых миллионных долях (ppm). Для этого расчётную массу компонента (в нанограммах) делят на массу пробы (в миллиграммах):

$$C(ppm) = \frac{m_c(\text{нг})}{m_{\text{п}}(\text{мг})}$$

В качестве массы пробы берётся масса газа-разбавителя в градуировочной смеси (масса примесей пренебрежимо мала). Масса пробы вычисляется по формуле:

$$m_{\text{п}} = \frac{P \cdot V \cdot M}{8.314(273 + T)}$$

Где:

P – давление пробы (принимается равным давлению окружающей среды), кПа.

V – объём пробы, мл.

M – молярная масса газа-разбавителя (азот – 28, гелий – 4).

T – температура пробы, °C.

5.2.11 Экстракция

Процесс применяется при проведении анализов, в которых на этапе пробоподготовки используется экстракция малолетучих соединений из некоего анализируемого объекта.

Добавьте процесс в очередь обработки. Процесс выполняет дополнительный перерасчёт концентраций компонентов по формуле:

$$\text{C} = 1000\frac{CV_{\text{Э}}K_1}{V_{\text{П}}K_2}$$

Где:

C – концентрация компонента, вычисленная операцией Количественный расчёт.

$V_э$ – Объём экстракта.

$V_п$ – Объём пробы.

K_1 и K_2 – коэффициенты пересчета.

Коэффициенты пересчета принимают значения:

- Если размерность концентрации при градуировке мкг/см^3, то K_1=1.
- Если размерность концентрации при градуировке мг/см^3, то K_1=1000.
- Если размерность концентрации при анализе мкг/дм^3, то K_2=1.
- Если размерность концентрации при анализе мг/дм^3, то K_2=1000.

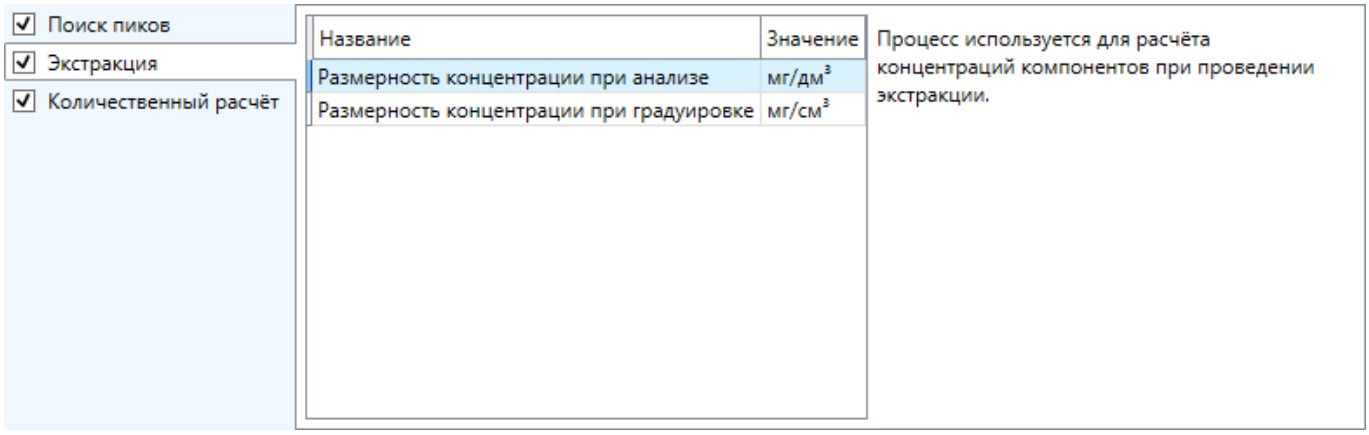


Рисунок 5.11 – Настройки процесса "Экстракция"

Порядок использования операции **Экстракция**:

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Задайте размерность концентраций при проведении градуировки и анализа неизвестной пробы.
- В паспорте каждого анализа укажите **Объём экстракта** и **Объём пробы в см³**. Соответствующие поля добавляются в паспорт автоматически при включении операции **Экстракция** в очередь обработки.
- При выполнении расчёта с добавленной операцией **Экстракция** значение вычисленного множителя выводится в поле паспорта **Разведение**.

5.3 Процессы групп Экспорт и Импорт

5.3.1 Экспорт в XLSX (Excel)

Процесс позволяет экспортировать данные хроматограммы в табличные процессоры, поддерживающие формат **XLSX**:

- Microsoft Excel, версии не ниже 2007.
- Only Office.
- Open Office Calc.
- Libre Office Calc.

Для выполнения экспорта наличия этих программ на компьютере **не обязательно!**

Добавьте операцию в очередь обработки или вызовите её в настройке отчёта "Хроматэк Аналитик".

Настройки процесса:

Шаблон. Путь к файлу XLSX, который выполняет функции шаблона экспорта. Файл может располагаться в любой папке компьютера или в сетевой папке. С помощью кнопки **Редактировать** шаблон можно открыть для изменения.

Папка сохранения. Папка, в которую будет сохранён результат экспорта. Может располагаться, где угодно (кроме системных папок, запись в которые запрещена).

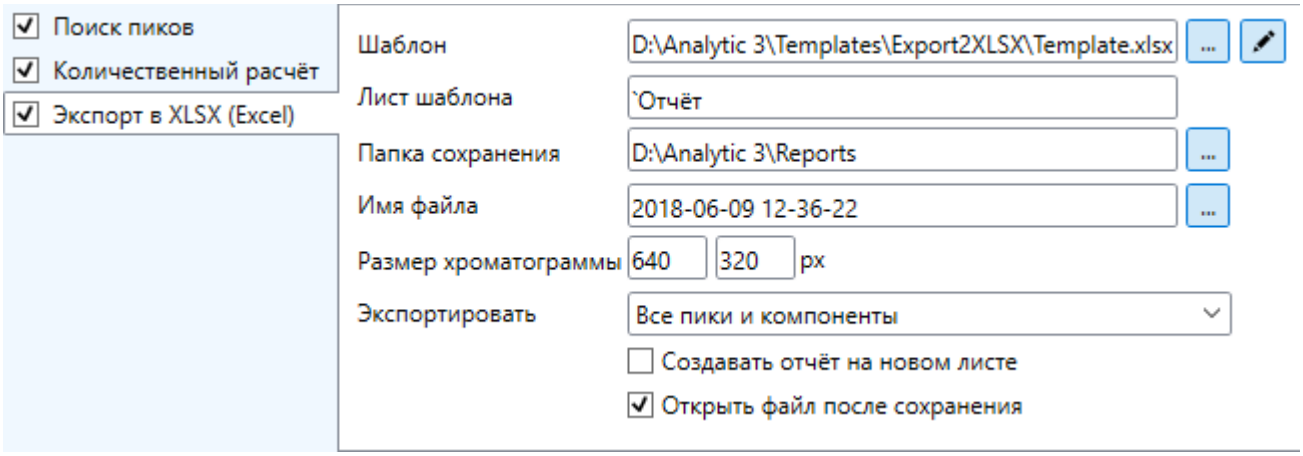


Рисунок 5.12 – Настройки операции "Экспорт в XLSX (Excel)"

Имя файла. Вы можете задать постоянное имя (файл будет перезаписываться) или указать шаблон для формирования имени.

- Нажмите на кнопку **[...]** для выбора переменных.
- Выберите переменную для шаблона имени файла.

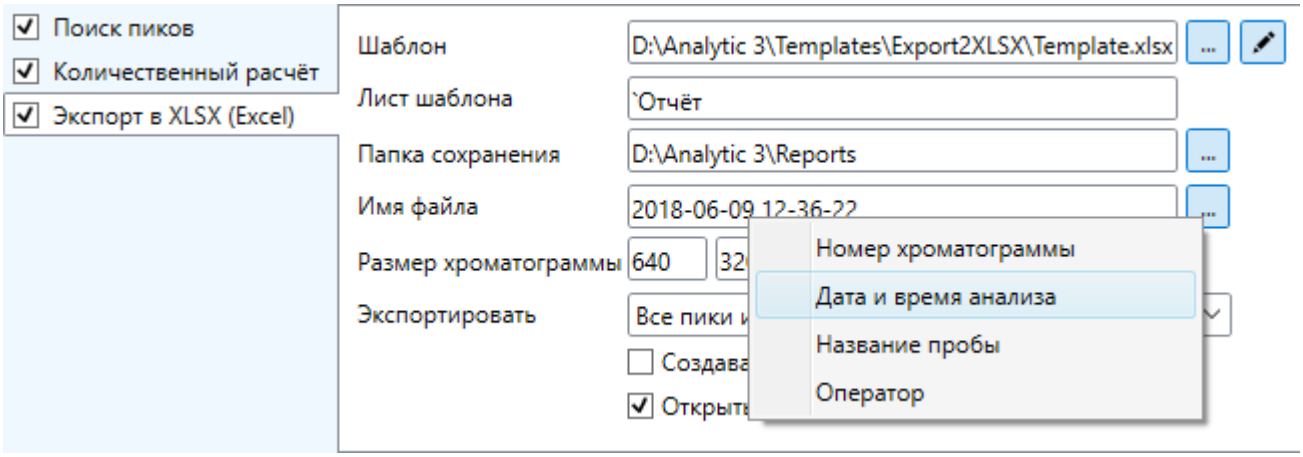


Рисунок 5.13 – Настройки операции "Экспорт в XLSX (Excel)". Выбор переменных для имени файла

Например, если вы хотите, чтобы имя выходного файла содержало дату-время проведения анализа и номер хроматограммы, в меню выберите сначала **Дата и время анализа**, нажмите **ПРОБЕЛ** и выберите **Номер хроматограммы**.

Формат имени будет таким: **%AnalysisDate% %Number%**.

При этом имя файла будет: 2017-10-18 12-29-34 123.xlsx.

Если формат имени файла "**Отчёт №%Number%**", то имя файла будет **Отчёт №123**.

Размер хроматограммы (ширина – высота). Для каждого канала детектора в файл XLSX будет добавлен рисунок (снимок канала), соответствующего размера. В шаблоне необходимо указать ячейку, начиная с которой рисунки будут вставлены на лист (см. настройку шаблона ниже).

Экспортировать. Фильтр пиков.

Создавать отчёт на новом листе. Если опция включена, результат экспорта будет сформирован на отдельном листе в одном и том же файле (в этом случае имя файла должно быть постоянным).

Шаблон представляет собой книгу "Excel" с листами **`Отчёт** и **Справка**.

На листе **`Отчёт** вы можете настроить форму отчёта по своему усмотрению.

Обратите внимание, что название листа шаблона начинается с символа апострофа.

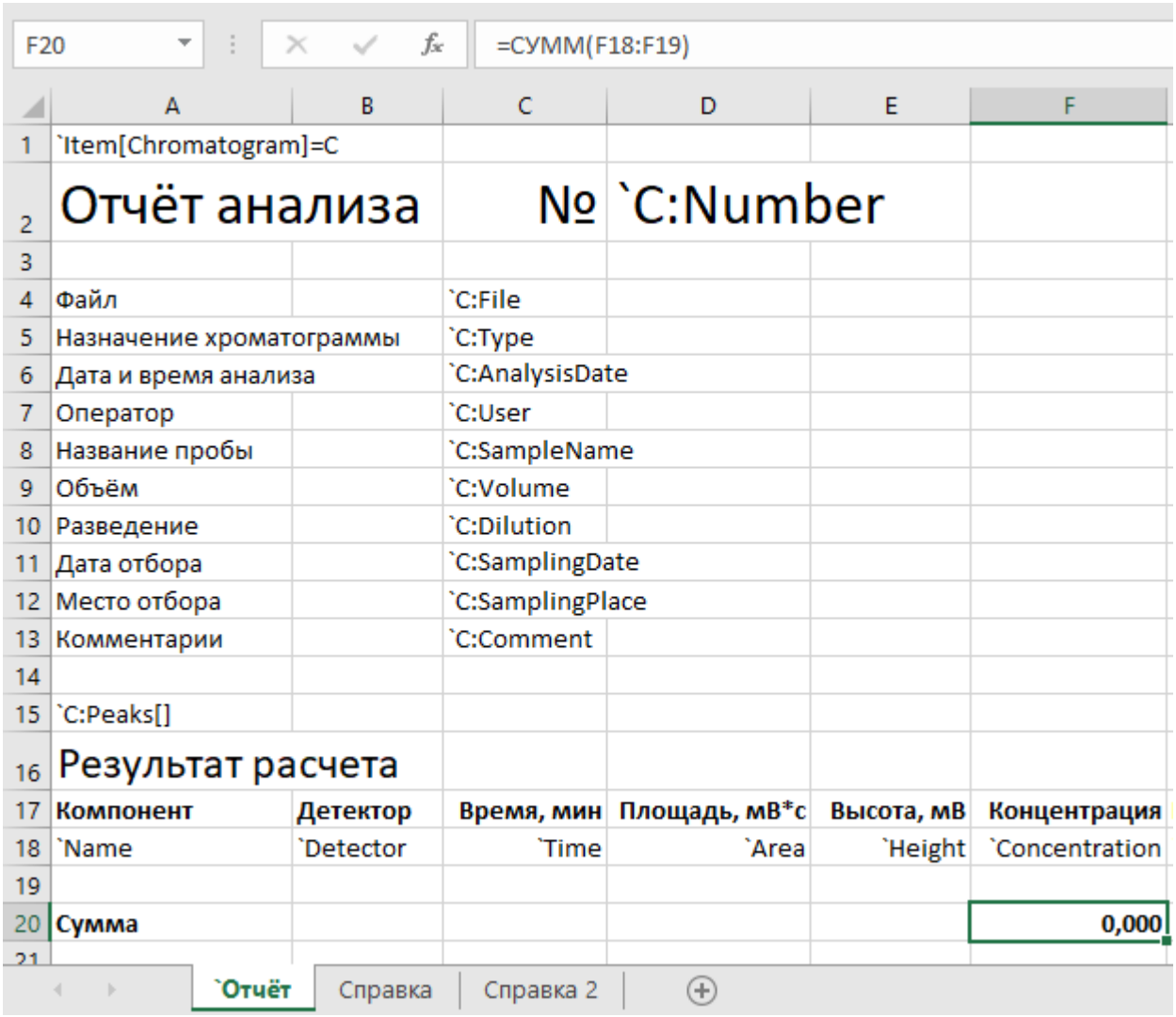


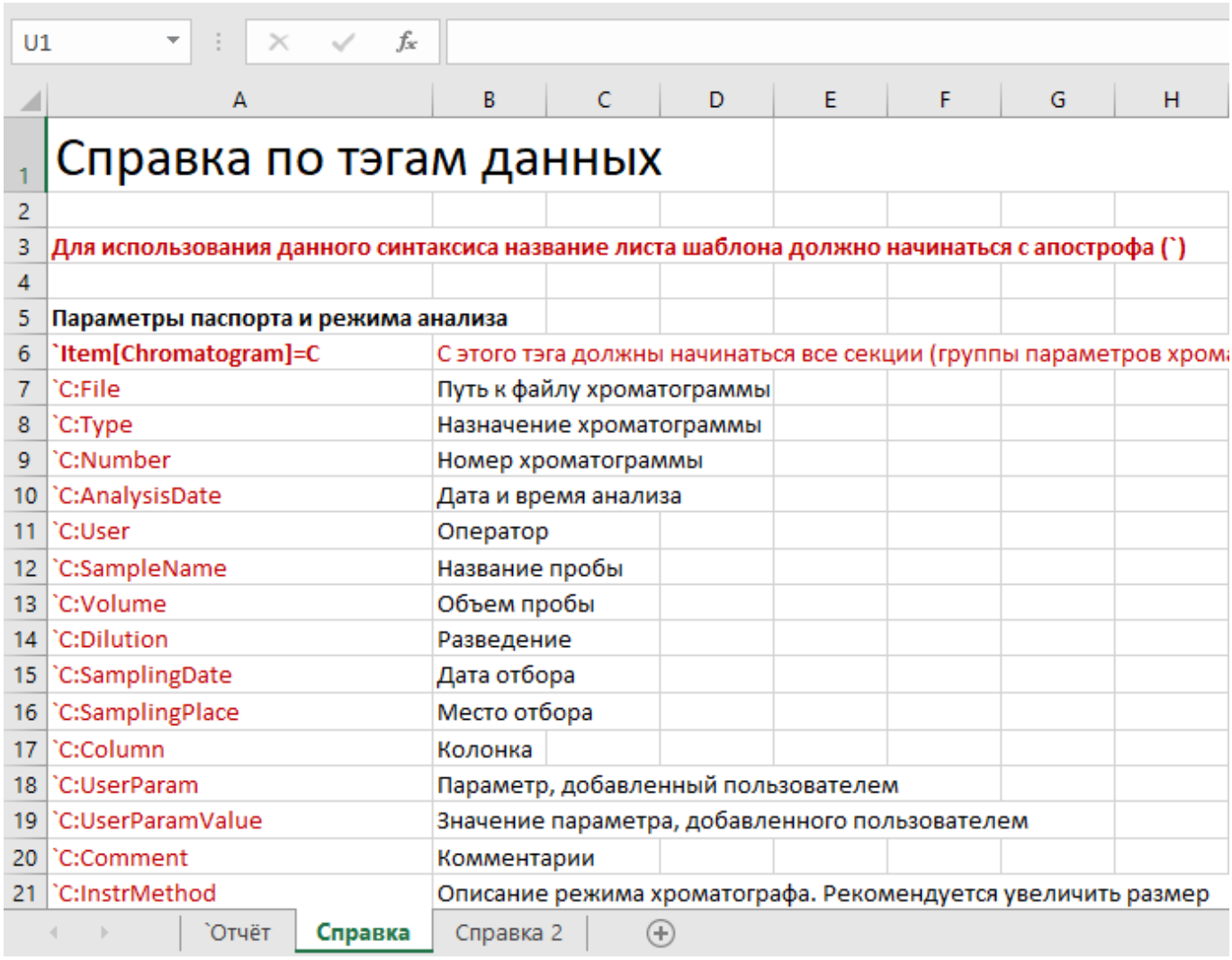
Рисунок 5.14 – Шаблон экспорта. Лист "Отчёт"

Для размещения данных из хроматограммы используются тэги – строковые переменные, которые начинаются с символа апострофа. Например: **`Name**.

Список доступных тэгов и их описания приведены прямо в шаблоне на листе **Справка**.

Используйте любые формулы, доступные в вашем табличном процессоре. Например, на рисунке выше в ячейке **F19** введена формула расчёта суммы: **=СУММ(F17:F18)**.

Обратите внимание, что в данном примере формула вычисляет сумму значений ячеек в диапазоне от **F17** до **F18**. При выполнении экспорта вместо строки 17, содержащей тэги **[Peak...**, будут вставлено столько её копий, сколько в хроматограмме имеется пиков. При этом диапазон ячеек в формуле автоматически увеличится. Если в формуле будет указана только одна ячейка, то диапазон не будет расширен.



	A	B	C	D	E	F	G	H
1	Справка по тэгам данных							
2								
3	Для использования данного синтаксиса название листа шаблона должно начинаться с апострофа (`)							
4								
5	Параметры паспорта и режима анализа							
6	`Item[Chromatogram]=C	С этого тэга должны начинаться все секции (группы параметров хрома						
7	`C:File	Путь к файлу хроматограммы						
8	`C:Type	Назначение хроматограммы						
9	`C:Number	Номер хроматограммы						
10	`C:AnalysisDate	Дата и время анализа						
11	`C:User	Оператор						
12	`C:SampleName	Название пробы						
13	`C:Volume	Объем пробы						
14	`C:Dilution	Разведение						
15	`C:SamplingDate	Дата отбора						
16	`C:SamplingPlace	Место отбора						
17	`C:Column	Колонка						
18	`C:UserParam	Параметр, добавленный пользователем						
19	`C:UserParamValue	Значение параметра, добавленного пользователем						
20	`C:Comment	Комментарии						
21	`C:InstrMethod	Описание режима хроматографа. Рекомендуется увеличить размер						

Рисунок 5.15 – Шаблон экспорта. Лист "Справка"

Таблица 5.1 – Доступные тэги

Параметры паспорта и режима анализа	
`Item[Chromatogram]=C	С этого тэга должны начинаться все секции (группы параметров хроматограммы, таблицы, рисунки каналов)
`C:File	Путь к файлу хроматограммы
`C:Type	Назначение хроматограммы
`C:Number	Номер хроматограммы
`C:AnalysisDate	Дата и время анализа
`C:User	Оператор
`C:SampleName	Название пробы
`C:Volume	Объем пробы
`C:Dilution	Разведение
`C:SamplingDate	Дата отбора
`C:SamplingPlace	Место отбора
`C:Column	Колонка

`C:UserParam	Параметр, добавленный пользователем
`C:UserParamValue	Значение параметра, добавленного пользователем
`C:Comment	Комментарии
`C:InstrMethod	Описание режима хроматографа. Рекомендуется увеличить размер ячейки или объединить ее с соседними
`C:InstrMethodAS	Описание режима автоматического дозатора
`C:Config	Описание конфигурации хроматографа
Параметры пиков	
`C:Peaks[]	Этот тэг должен быть вставлен перед таблицей пиков. Тэг указывает плагину перейти в контекст пиков
`Number	Порядковый номер пика
`Name	Название пика
`Group	Название группы
`Detector	Название канала детектора
`Time	Время удерживания расчётное
`Index	Индекс удерживания расчетный
`Area	Площадь пика, мВ*с
`AreaAverage	Средняя площадь пика, мВ*с
`AreaPercent	Площадь пика, %
`AreaPercentAverage	Средняя площадь пика, %
`Height	Высота пика, мВ
`HeightAverage	Средняя высота пика, мВ
`HeightPercent	Высота пика, %
`HeightPercentAverage	Средняя высота пика, %
`Multiplier	Множитель
`Function	Функция
`Standard	Стандарт
`ConcentrationStandard	Концентрация стандарта
`Concentration	Концентрация расчетная
`ConcentrationAverage	Концентрация расчетная средняя
`Unit	Единицы измерения
`Plates	Число теоретических тарелок
`PlatesAverage	Среднее число теоретических тарелок
`PlatesPerMeter	Число теоретических тарелок на метр
`PlatesPerMeterAverage	Среднее число теоретических тарелок на метр
`Resolution	Разрешение текущего пика и следующего

`Asymmetry	Асимметрия пика
`Width	Ширина пика на половине высоты
`SignalNoise	Отношение Сигнал/Шум
`R2	Коэффициент детерминации, R^2
`Rsd	Относительное среднеквадратическое отклонение (СКО), %
`RsdTime	СКО, % (по времени удерживания)
`RsdArea	СКО, % (по площади)
`RsdHeight	СКО, % (по высоте)
`Accuracy	Точность, абс. ед.
`AccuracyPercent	Точность, %
`Range	Размах, абс. ед.
`RangePercent	Размах, %
`Value0...`Value9	Числа от 0 до 9, предназначенные для ввода пользовательских данных
`String0...`String9	Строки от 0 до 9, предназначенные для ввода пользовательских данных
Averages	Количество хроматограмм в расчёте средних и их номера
Параметры групп	
`C:Groups[]	Этот тэг должен быть вставлен перед таблицей групп. Тэг указывает плагину перейти в контекст групп
`Name	Название группы
`Components	Список компонентов в группе
`ConcSum	Суммарная концентрация в группе
`AreaSum	Суммарная площадь в группе
Градуировочные уровни	
`C:Levels[]	Этот тэг должен быть вставлен перед таблицей градуировочных уровней. Тэг указывает плагину перейти в контекст градуировочных уровней
`Name	Название компонента
`Detector	Название канала детектора
`Date	Дата градуировочного анализа
`Number	Номер градуировочного анализа
`Volume	Объем пробы
`Concentration	Концентрация компонента
`Area	Площадь пика
`Accuracy	Точность, %
`Function	Градуировочная функция
`Rsd	Относительное среднеквадратическое отклонение, %
`R2	Коэффициент детерминации, R^2

Хроматограммы

`C:Images[]	Этот тэг должен быть вставлен перед рисунками (хроматограммами).
`Image	Начиная с этой ячейки на лист выводятся изображения каналов хроматограммы.

Диапазоны ячеек

После того, как все тэги добавлены, необходимо сгруппировать их в диапазоны и задать этим диапазонам специфические имена. Это нужно для того, чтобы таблицы не конфликтовали друг с другом. Из-за того, что при экспорте могут добавляться новые строки, плагин просматривает диапазоны снизу вверх. И в такой последовательности их нужно задавать.

Имя диапазона должно начинаться с символа подчеркивания, за которым идёт порядковый номер. Если в таблице должны добавляться новые строки, то к имени диапазона следует добавить букву **n**.

Пример на рисунке ниже:

1. Выделите нижнюю группу ячеек с заголовком "Хроматограмма".
2. Задайте для неё название диапазона "_1".
3. Выделите группу ячеек с заголовком "Градуировка".
4. Задайте для неё название диапазона "_2n".

Если верхний диапазон назвать "_2" (без буквы n), то таблица будет "расти" вниз без добавления новых строк и затрёт тэги группы "Хроматограмма".

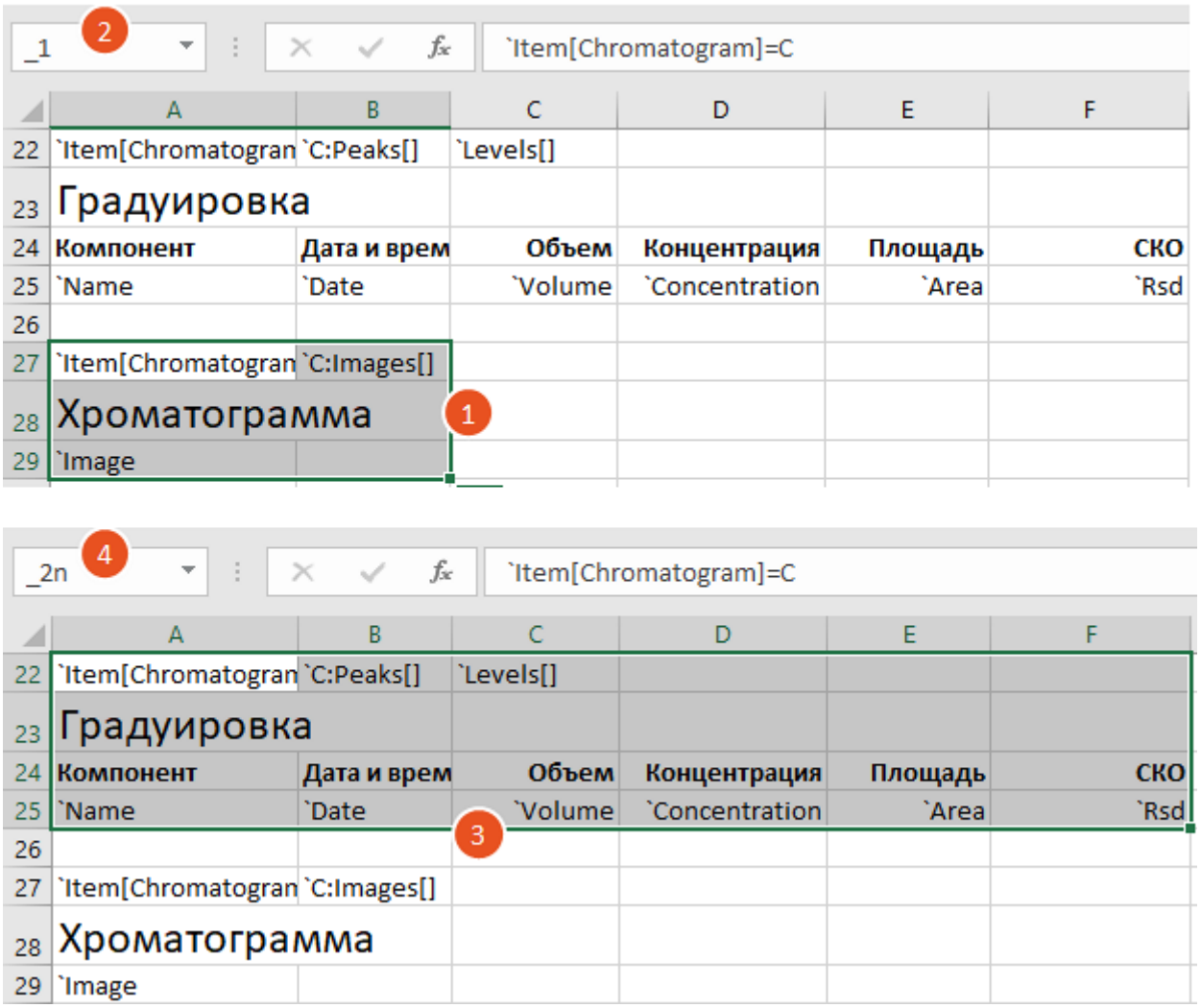


Рисунок 5.16 – Диапазон ы ячеек

5.3.2 Экспорт в NetCDF (MC-данные)

Процесс применяется для применяется для автоматического преобразования файлов **msdx** (содержащих масс-спектрометрические данные) в открытый формат **cdf** для работы с ними в программе **AMDIS** и других подобных.

В настройках процесса задайте правила формирования имени файла cdf:

- Добавьте операцию в очередь обработки или на панель инструментов "Хроматэк Аналитик".
- В списке **Редактор** укажите **Выбор**.
- С помощью галочек укажите, что будет входить в имя файла.
- Порядок частей имени можно менять с помощью мыши.

Вы можете настроить более сложный шаблон имени. Для этого выберите тип редактора – **Скрипт**. Здесь вы можете включить в имя файла любой постоянный текст.

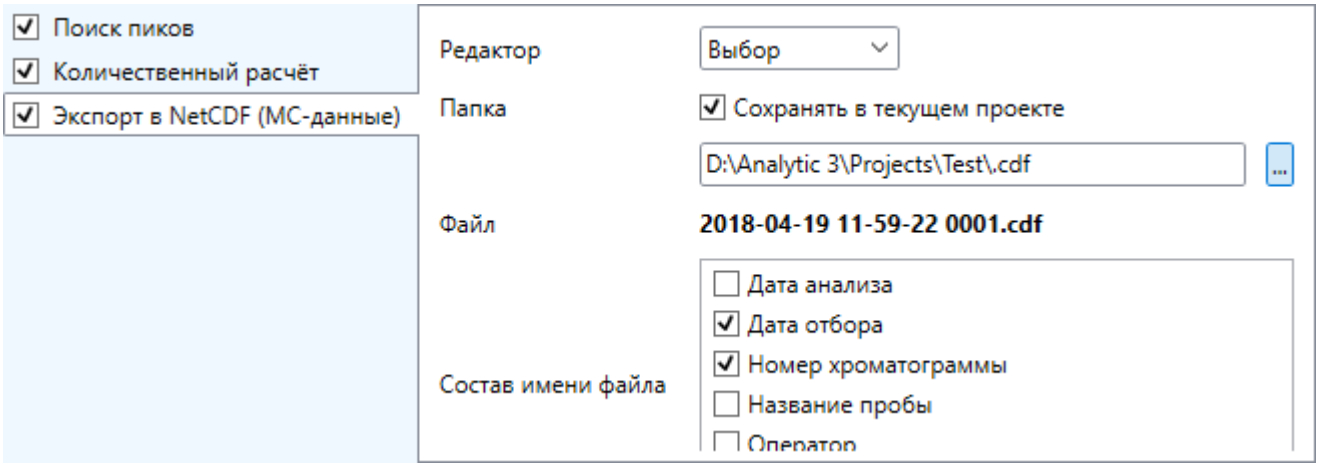


Рисунок 5.17 – Настройки операции "Конвертер MSDX в CDF "

5.3.3 Экспорт в ЭДИС "Альбатрос"

ЭДИС "Альбатрос" – программное обеспечение для диагностики развивающихся дефектов в маслонаполненном оборудовании. Близким аналогом данного ПО является Хроматэк Энергетик.

Процесс "Экспорт в ЭДИС Альбатрос" позволяет передать данные хроматографического анализа в это ПО.

- Добавьте операцию в очередь обработки или на панель инструментов "Хроматэк Аналитик".
- Задайте путь к текстовому файлу, в который будут экспортированы данные.
- Укажите количество знаков после запятой в числовых данных.
- Укажите разделитель дроби – точка или запятая, в зависимости от региональных настроек на компьютере.
- Задайте заполнение табуляции (зависит от формата файла, который ожидает "Альбатрос").

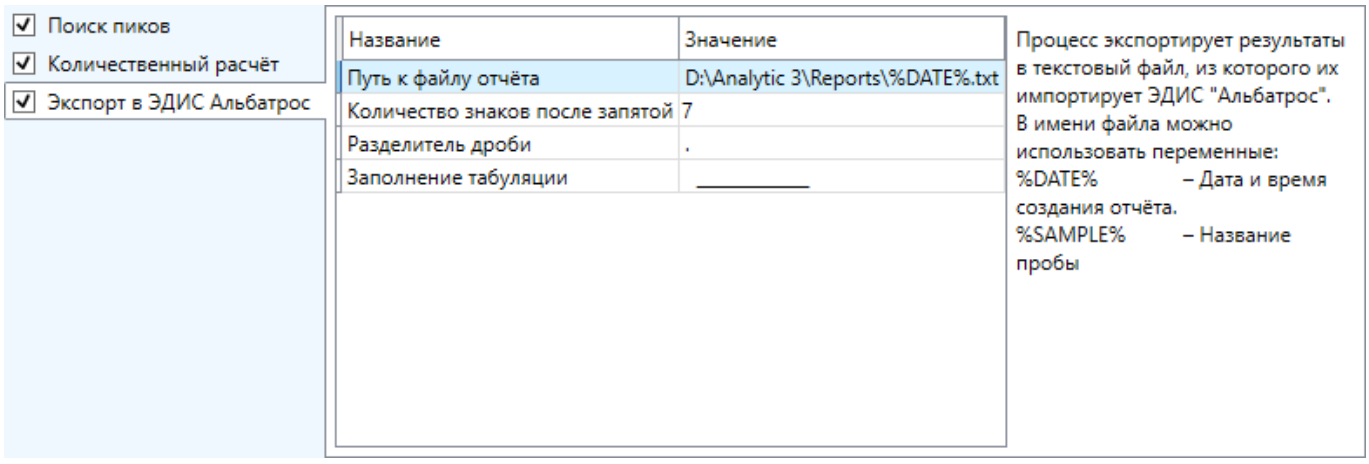


Рисунок 5.18 – Экспорт в ЭДИС "Альбатрос"

5.3.4 Импорт из XLSX (Excel)

Процесс позволяет импортировать в "Хроматэк Аналитик" таблицу компонентов из файла **XLSX**.

Например, вы создаёте метод и имеете таблицу компонентов с рассчитанными индексами удерживания, созданную в "Microsoft Excel" или его аналоге. Если компонентов очень много, создавать их в "Хроматэк Аналитик" вручную – довольно трудоёмкая процедура.

С помощью данного процесса вы можете импортировать компоненты в "Хроматэк Аналитик" напрямую из файла **XLSX**.

	A	B	C	D	E	F
1	**Компонент**	**Индекс**				
2	Метан	100				
3	Этан	200				
4	Пропан	300				
5	Бутан	400				
6	Пентан	500				
7						

Рисунок 5.19 – Компоненты, которые нужно импортировать

Добавьте кнопку запуска процесса на панель инструментов "Хроматэк Аналитик".

Запустите процесс. Вам сразу будет предложено выбрать файл XLSX.

После выбора файла настройте параметры импорта:

- Выберите **Лист**, на котором располагаются данные.
- Укажите номер строки, с которой начинаются данные. В примере на рисунке выше строка 1 содержит заголовки столбцов, а сами данные начинаются со строки 2.
- Укажите канал, в который будут импортированы компоненты.
- В таблице для каждого столбца укажите, какой параметр в нём содержится.

В файле XLSX не должно быть пустых столбцов в левой части таблицы.

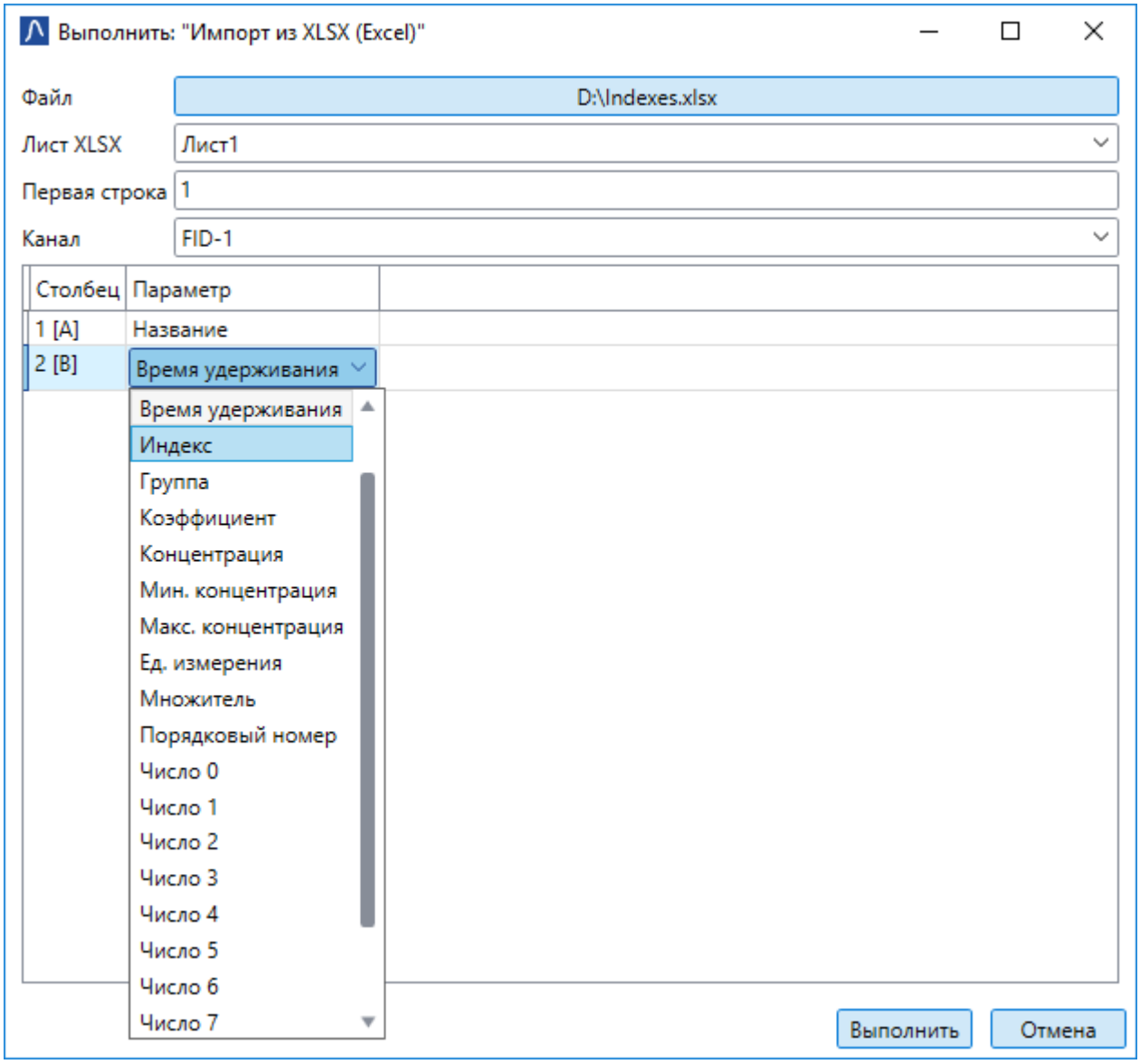


Рисунок 5.20 – Настройки операции "Импорт из XSLX (Excel)"

5.3.5 Импорт из CDF

Вы можете импортировать хроматограмму из формата CDF (например, полученную в стороннем ПО).

Для этого в главном меню выберите пункт **Импорт/Экспорт** и далее **Импорт**. Выберите файл.

5.4 Процессы группы Разметка

5.4.1 Разметка по SimDis

При проведении анализов нефти и нефтепродуктов методом имитированной дистилляции (например, по ASTM 7169) традиционная разметка пиков зачастую не позволяет получить корректные результаты в приложениях Хроматэк Дистилляция или Специальные расчёты. Нам необходимо создавать точки пиков на хроматограмме неизвестной пробы по заданному времени опорных компонентов, созданных при анализе стандартного образца.

Для этого удобно применять процесс **Разметка по SimDis**.

Рекомендуется проводить настройку метода по хроматограмме, содержащей опорные пики нормальных алканов.

Перед использованием процесса выполните разметку обычным способом и создайте компоненты.

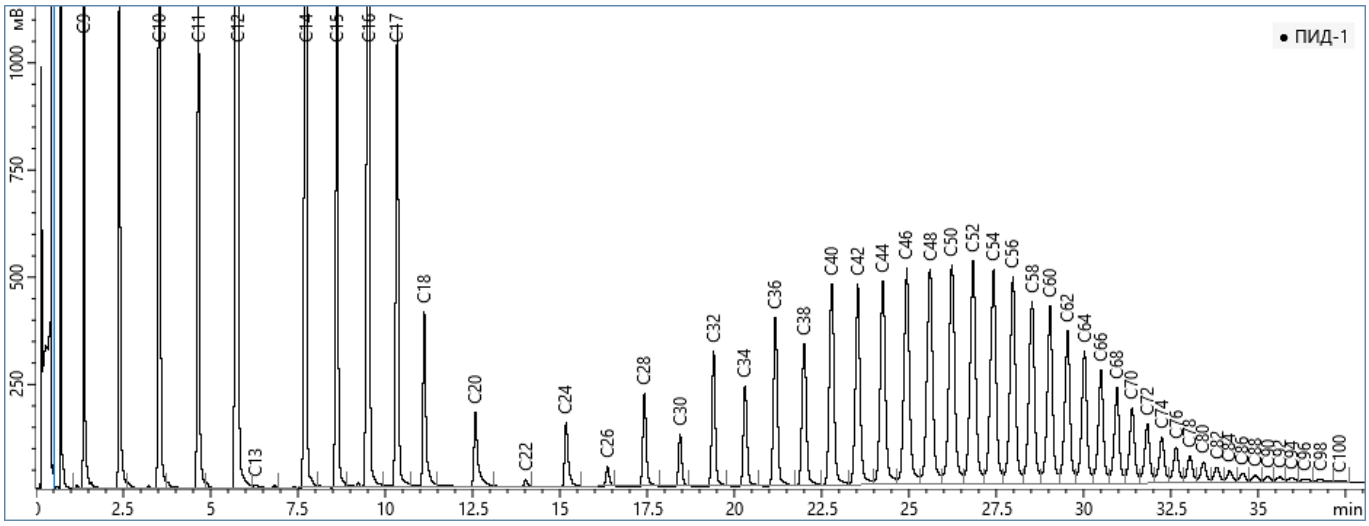


Рисунок 5.21 – Хроматограмма стандарта с пиками нормальных алканов

Добавьте процесс в очередь обработки

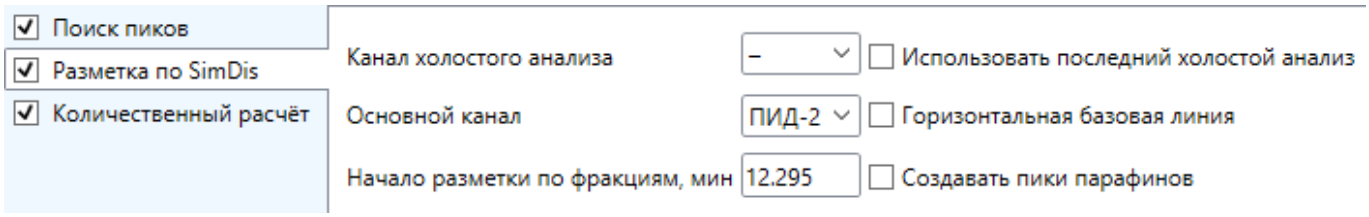


Рисунок 5.22 – Настройки процесса "Разметка по "SimDis"

Укажите время начала разметки по фракциям.

При выполнении процесса, начиная с заданного времени **Начало разметки по фракциям** удаляются все безымянные пики.

У идентифицированных пиков точная начала совмещается с точкой конца, как показано на рисунке ниже. Таким образом формируется не пик, а температурная фракция.

При этом исходный пик нормального парафина клонируется, его параметру Строка 0 присваивается значение "par", по которому пик парафина будет отличаться от соответствующей фракции в Специальных расчётах.

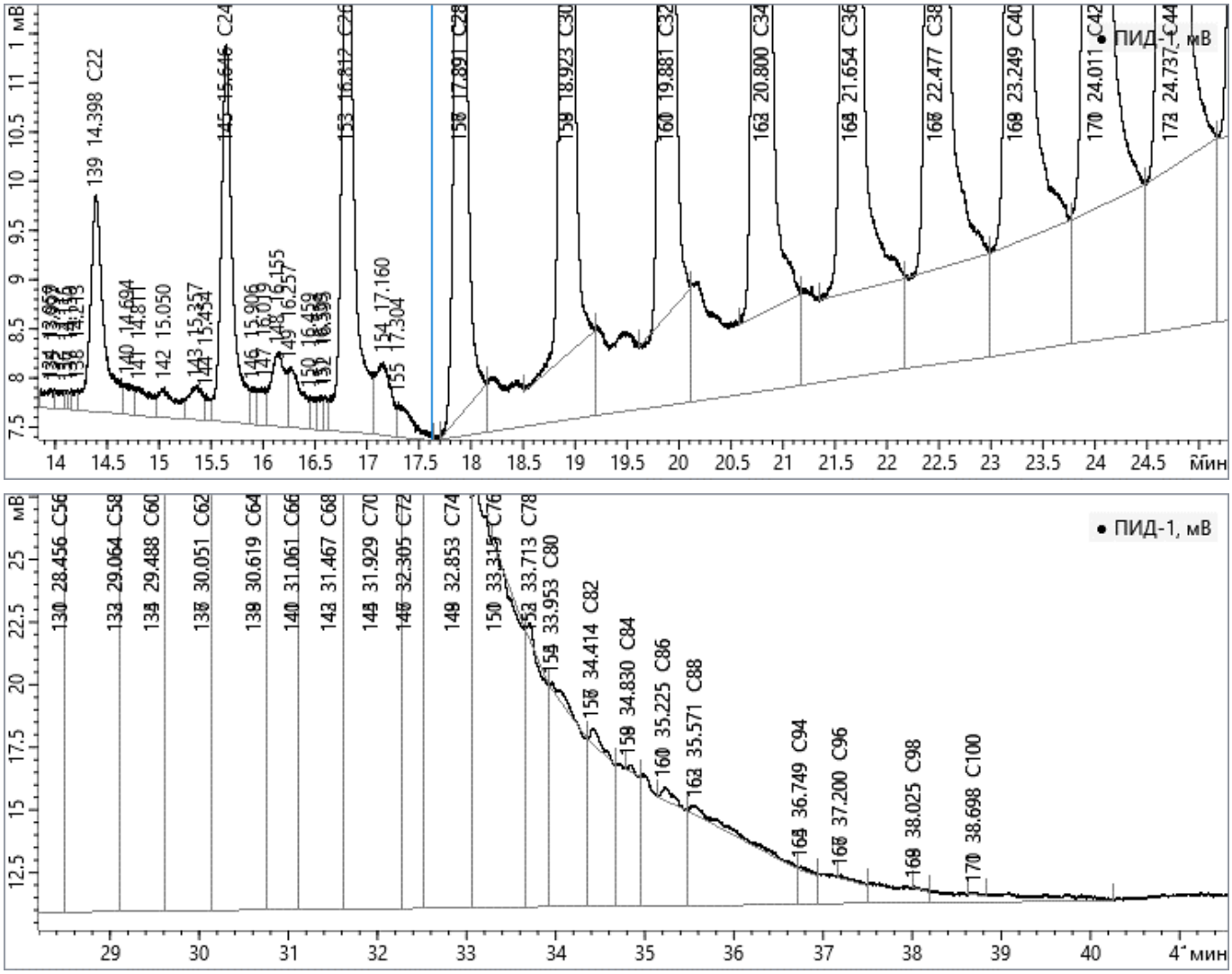


Рисунок 5.23 – Результат разметки по фракциям

Так же вы можете выбрать настройку базовой линии по хроматограмме **холостого анализа** (хроматограмма, записанная без ввода пробы, в паспорте которой задано назначение – **Нулевая линия**).

Вы можете скопировать канал из холостой хроматограммы в текущую и выбрать добавленный канал в настройках процесса.

Так же возможно автоматически загрузить последний по дате холостой анализ.

При этом результат разметки будет таким, как показано на рисунке ниже:

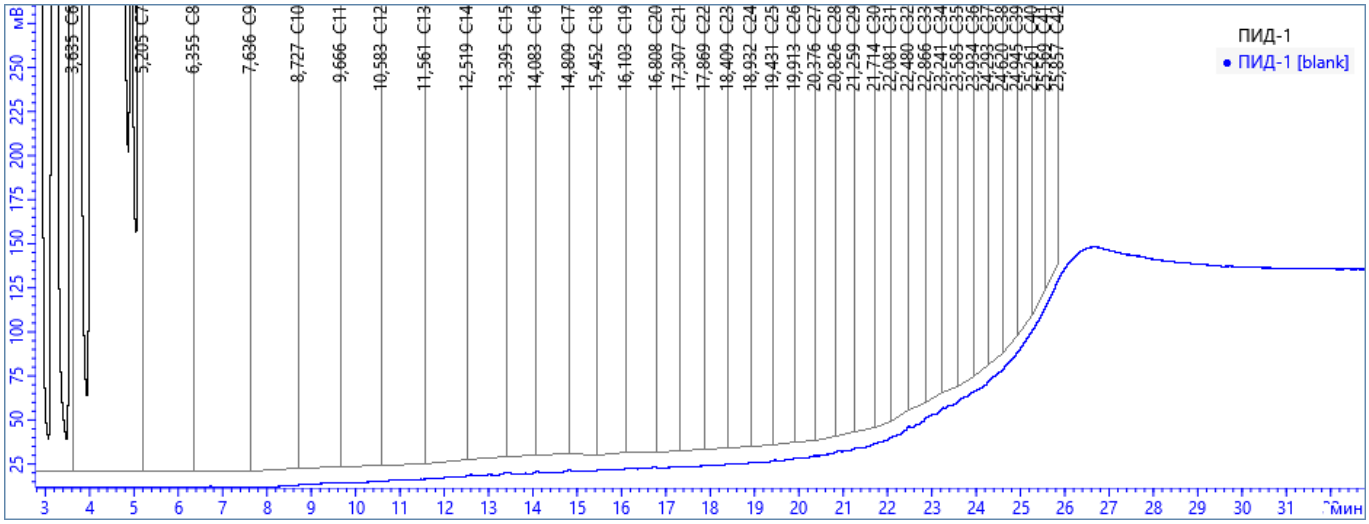


Рисунок 5.24 – Результат разметки фракций по хроматограмме холостого анализа

5.4.2 Фиксация базовой линии

Процесс проводит горизонтальную базовую линию для всех пиков из одной точки.

В настройках нужно указать время начала базовой линии.

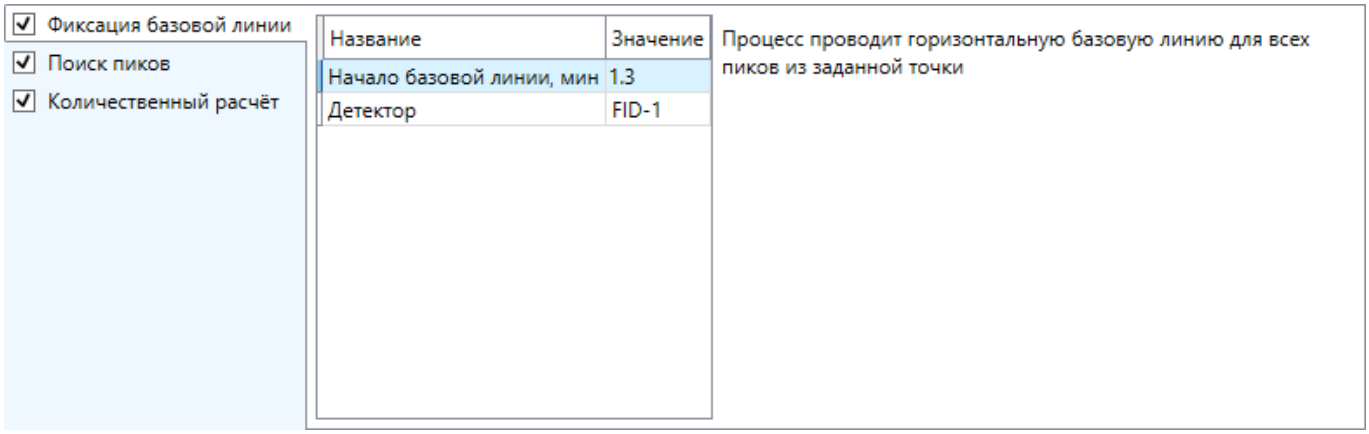


Рисунок 5.25 – Настройки процесса "Фиксация базовой"

Результат работы процесса похож на результат применения события интегрирования **Горизонталь вперёд**, однако имеет отличия. Процесс позволяет построить горизонтальную базовую даже в случае, если не все пики сливаются. Базовая остаётся горизонтальной и для последнего пика в группе слившихся, чего с помощью события интегрирования достичь невозможно.

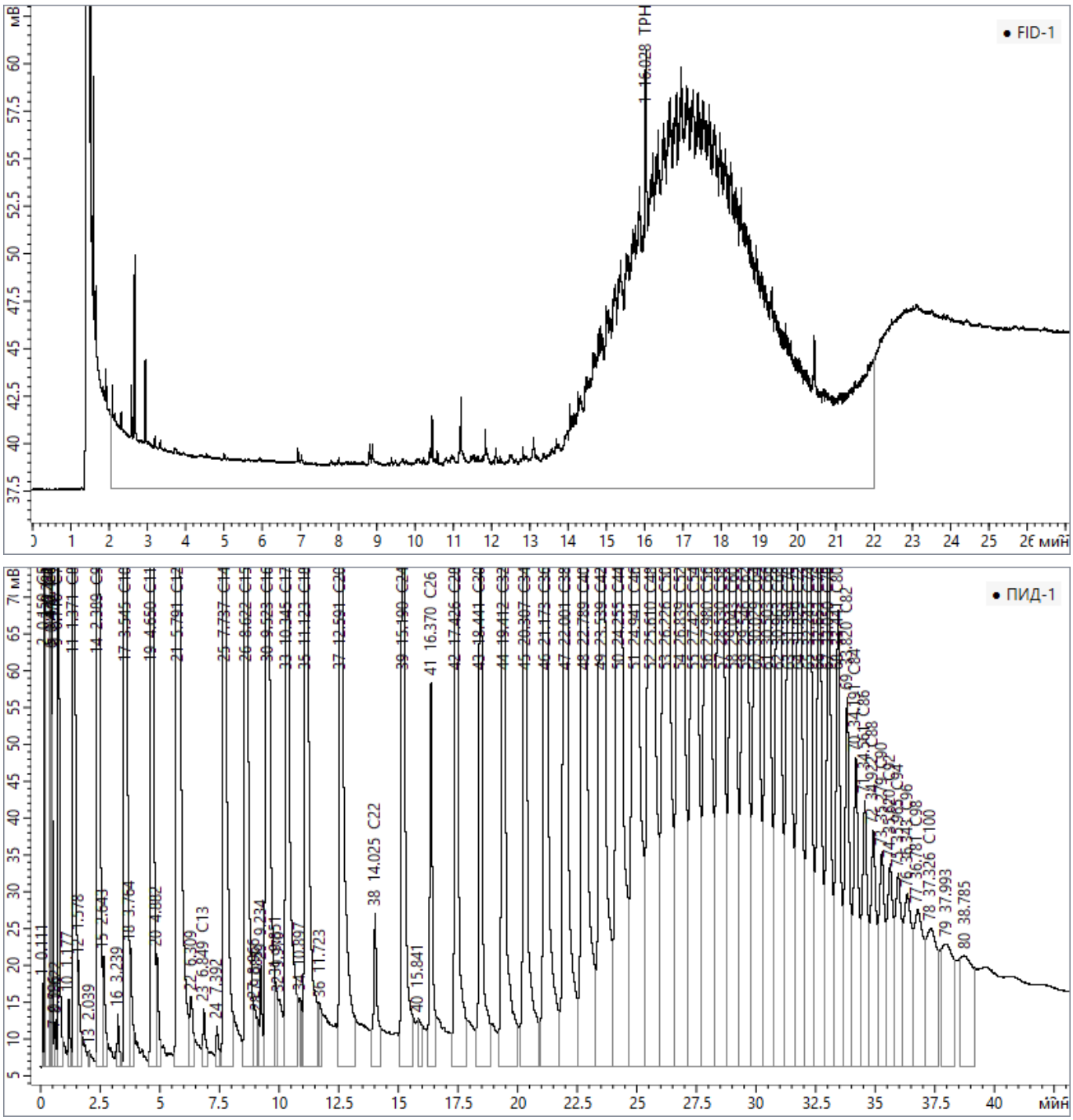


Рисунок 5.26 – Результат разметки хроматограммы с фиксацией базовой линии

5.5 Процессы группы Сервис

Процессы данной группы расчёты не проводят, они предназначены для выполнения специфических операций с данными (конвертирование, экспорт и т.д.).

5.5.1 Интервалы группировки

Процесс применяется для группировки пиков в заданных интервалах времени удерживания, что позволяет проводить суммирование концентраций компонентов в пределах группы (включая неидентифицированные) и удобное графическое представление групп.

Добавьте процесс в очередь обработки

1. Добавьте новый интервал.
2. С помощью маркеров на графике отрегулируйте границы интервала.
3. Задайте название **группы** для пиков, которые попадают в данный интервал.

Название группы не будет изменятся у пиков, для которых оно уже задано в таблице **Компоненты.**

4. Задайте название **ведущего компонента**. Для методов с градуировкой у неидентифицированных пиков, попавших в интервал, будет создана ссылка на стандарт – ведущий компонент.
5. Вы можете включить выделение групп цветом.
6. Выберите цвет групп.



Когда все интервалы группировки настроены, выполните **расчёт**.



Чтобы показать суммарную концентрацию по группам компонентов, на закладке **Результат** нажмите кнопку **Расчёт по группам** на боковой панели.

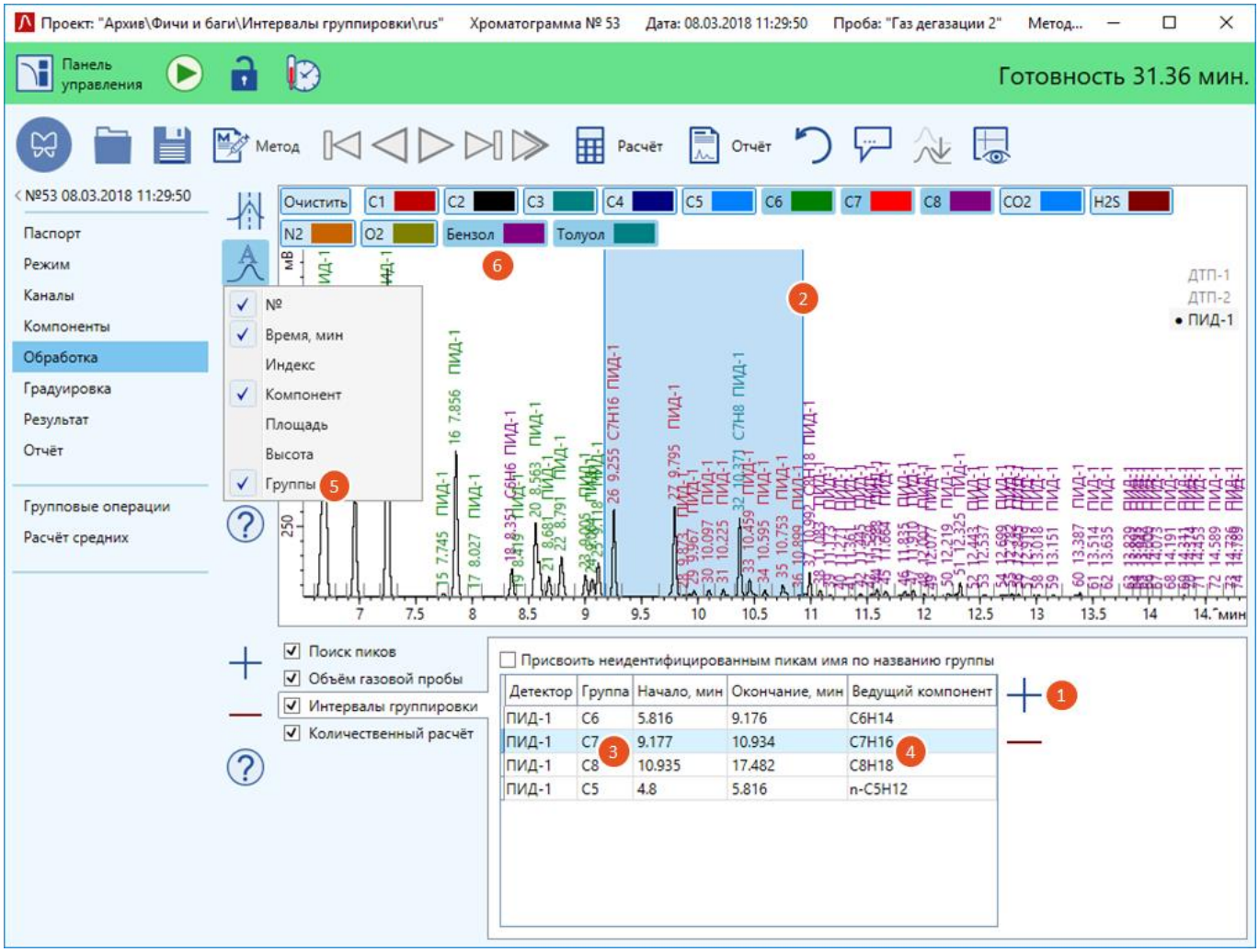


Рисунок 5.27 – Настройки процесса "Интервалы группировки"

5.5.2 Резервное копирование хроматограмм

Процесс позволяет автоматически создавать копии хроматограмм.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Укажите дни, относительно текущей хроматограммы – при выполнении расчёта программа скопирует все хроматограммы старше этой даты в резервную папку. Если указать значение этого параметра 0, программа будет копировать все хроматограммы.
- Укажите папку, куда следует копировать хроматограммы. Можно указывать сетевую папку (даже рекомендуется) для большей сохранности хроматограмм.

5.5.3 Очистка проекта

Нередко пользователю уже не нужны старые хроматограммы, записанные несколько месяцев назад. Чтобы они не занимали место на диске и не затрудняли навигацию по проекту, их можно удалить или перенести в резервную папку.

Для очистки проекта применяется одноименная операция обработки, которую можно включить в очередь обработки метода или запускать вручную.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Перейдите в диалог настройки операции.
- Выберите **Действие** – удаление или перенос хроматограмм.

Если вы выбрали **перенос** хроматограмм, укажите резервную папку. По умолчанию в папке **Analytic 3\Backup** создается папка с таким же именем, как у текущего проекта.

- Укажите возраст хроматограмм, предназначенных для удаления (переноса). Хроматограммы, записанные ранее указанного числа дней будут удалены из проекта.
- Операция **Очистка проекта** по умолчанию выполняется один раз в день. Если сегодня она уже запускалась, но вы хотите выполнить её снова, включите опцию **Принудительное выполнение**.

При выполнении очистки проекта **методы** и хроматограммы с признаком **Градуировка** никогда не удаляются и не переносятся!

5.5.4 Контроль шума

Процесс применяется для контроля уровня шума детектора. В случае превышения заданного в настройках уровня шума, процесс останавливает выполнение последовательности анализов.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Настройте параметры операции.

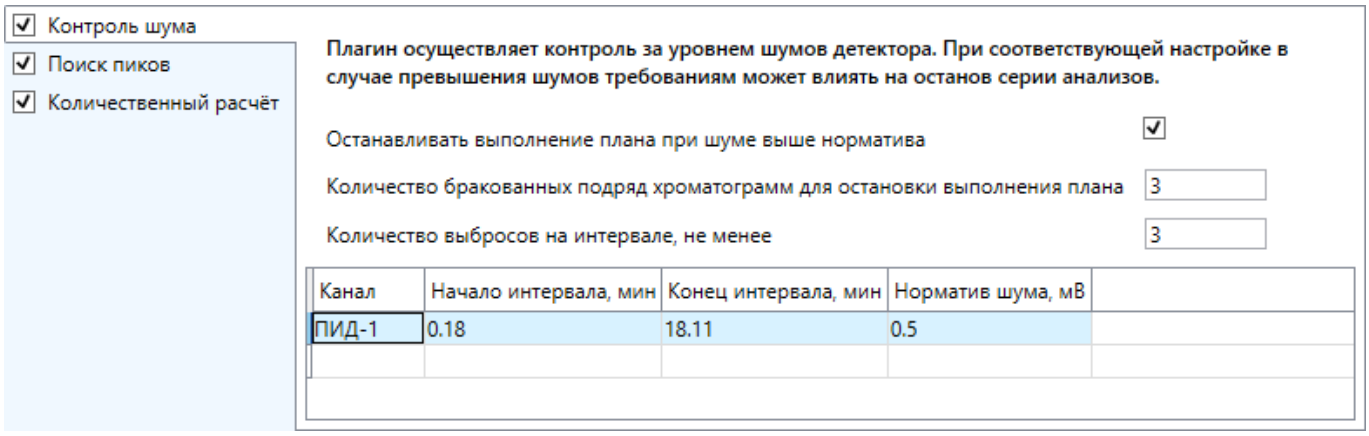


Рисунок 5.28 – Настройки процесса "Контроль шума"

5.5.5 Контроль смещения времени

Процесс применяется для контроля смещения времени удерживания компонента. При превышении времени удерживания заданного значения процесс останавливает последовательность анализов и создает в журнале запись об ошибке.

- Добавьте процесс в очередь обработки
- Выберите поле таблицы "Компоненты" в котором будет внесено допустимое отклонение времени удерживания для каждого компонента.
- Заполните соответствующее поле в таблице "Компоненты".

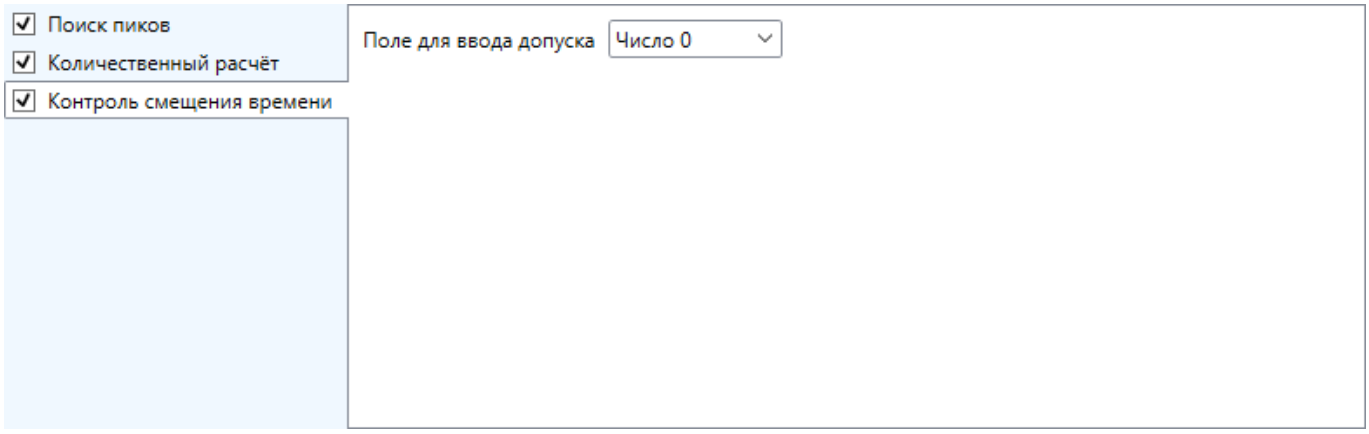


Рисунок 5.29 – Настройки процесса "Контроль смещения времени"

5.5.6 Фильтрация

Существует ряд методов фильтрации шумов, отличающихся по принципу действия. Большая часть из них заключается в выполнении определенных преобразований над точкой хроматограммы, причем результат зависит от значений соседних точек. Количество соседних точек, расположенных справа или слева от преобразуемой точки, называется полушириной окна фильтрации.

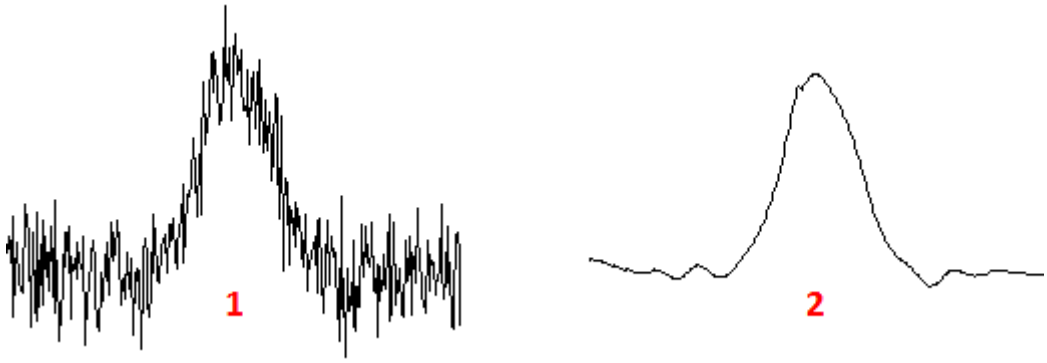


Рисунок 5.30 – Хроматограмма 1) до фильтрации, 2) после фильтрации

Поскольку любая фильтрация искажает форму пиков, то её использование оправдано только при высоких значениях шума. При этом рекомендуется начинать подбор полуширины окна фильтра с единицы и постепенно увеличивать её до получения удовлетворительного результата.

При настройке операции фильтрации важно обратить внимание на то, чтобы одновременно с подавлением шумов нулевой линии не исказились площади (высоты) пиков. Для оценки искажения отклика выберите самый узкий анализируемый пик.

Для фильтрации шумов в "Хроматэк Аналитик 3.x" используются фильтры:

- фильтр Хемминга;
- фильтр Гаусса;
- медианный фильтр;
- фильтр 2-го порядка.

Для того, чтобы применить фильтрацию, добавьте на главную панель инструментов кнопки фильтров из группы параметров **Процессы/Сервис**.

5.5.6.1 Фильтр Хемминга

Наиболее эффективный фильтр для подавления шумов. Не искажает форму пиков, не уменьшает их площадь.

Фильтрация шумов осуществляется путем аппроксимации исходных данных вблизи сглаживаемой выборки полиномом третьей степени. Ширина окна аппроксимации изменяется от 5 до 40 отсчетов в зависимости от характера текущего участка хроматограммы.

Фильтр без параметров. В диалоге настроек ничего задавать не нужно, достаточно сразу нажать кнопку **Выполнить**.

5.5.6.2 Фильтр Гаусса

Значение полуширины окна при настройке следует выбирать минимальным и постепенно увеличивать его до оптимального.

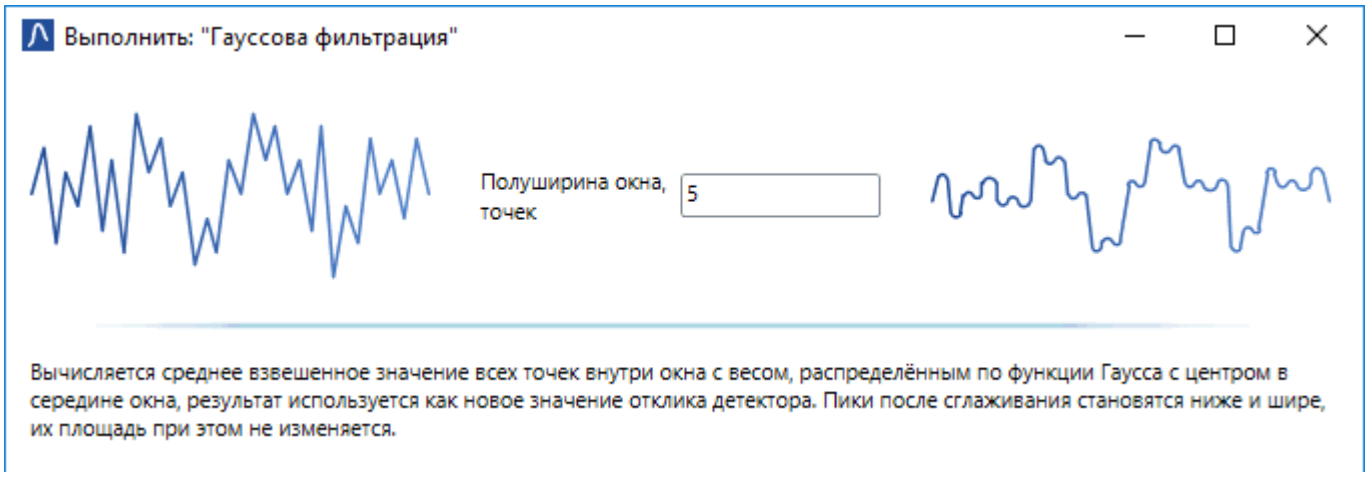


Рисунок 5.31 – Фильтр Гаусса

5.5.6.3 Фильтр медианный

Гауссов фильтр, по сравнению с медианным, дает лучшее визуальное сглаживание собственно пиков, но меньше сглаживает шумы базовой линии. Медианный фильтр эффективно подавляет выбросы на хроматограмме, при этом полуширина окна фильтра должна быть не меньше ширины самого большого выброса.

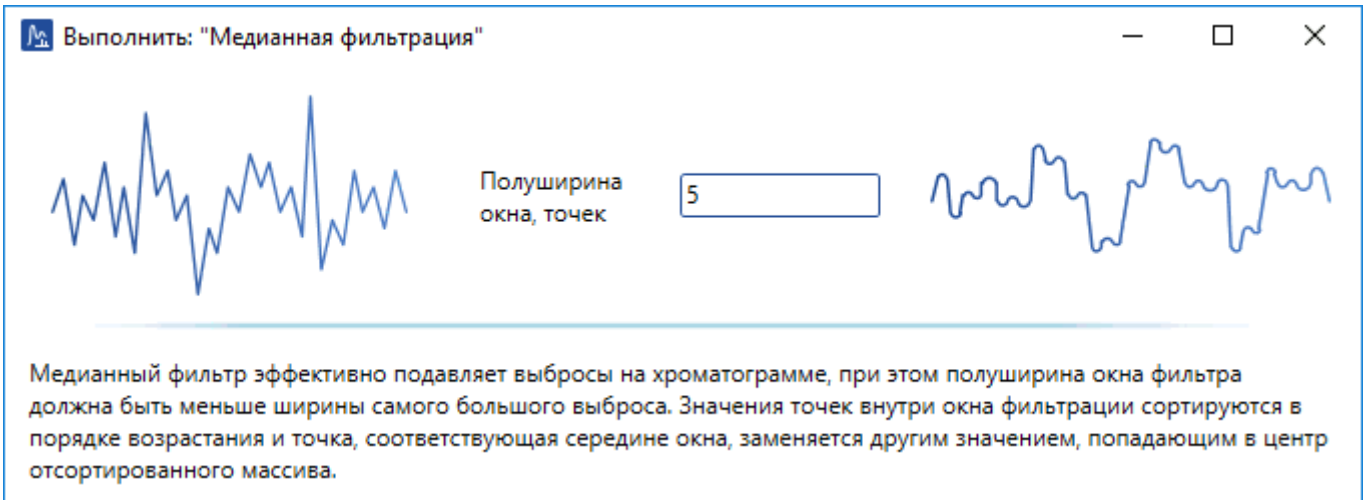


Рисунок 5.32 – Фильтр медианный

5.5.6.4 Фильтр второго порядка

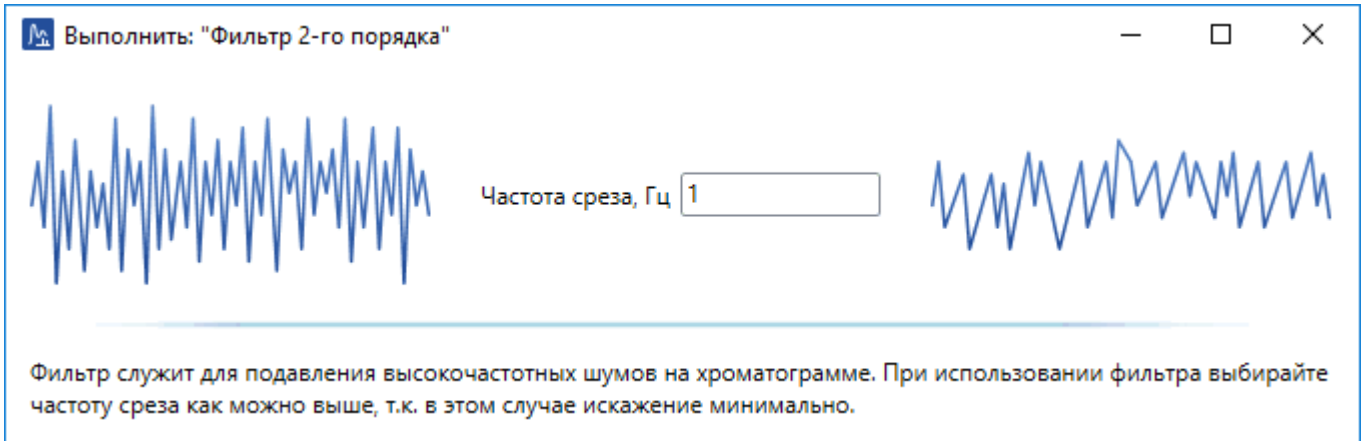


Рисунок 5.33 – Фильтр второго порядка

5.5.7 Коррекция нулевой линии

Процесс применяется в следующих случаях:

- Удаление участков хроматограммы, затрудняющих разметку (например, отрицательных провалов, вызванных переключениями кранов-клапанов).
- Преобразования обратных (отрицательных пиков) в обычные (положительные).

Для того, чтобы применить процесс, добавьте на главную панель инструментов кнопку **Коррекция нулевой линии** из группы параметров **Процессы/Сервис**.

- Щелкните по пустой строке, чтобы добавить новый участок коррекции.
- Выберите тип коррекции.
- Если хроматограмма многоканальная, выберите канал, на котором следует провести коррекцию.
- С помощью мыши отрегулируйте границы области.

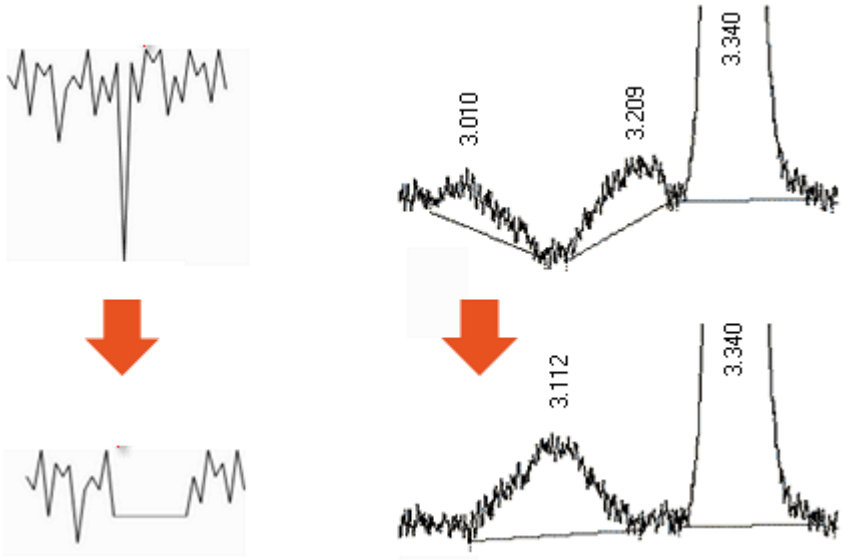


Рисунок 5.34 – Коррекция нулевой линии

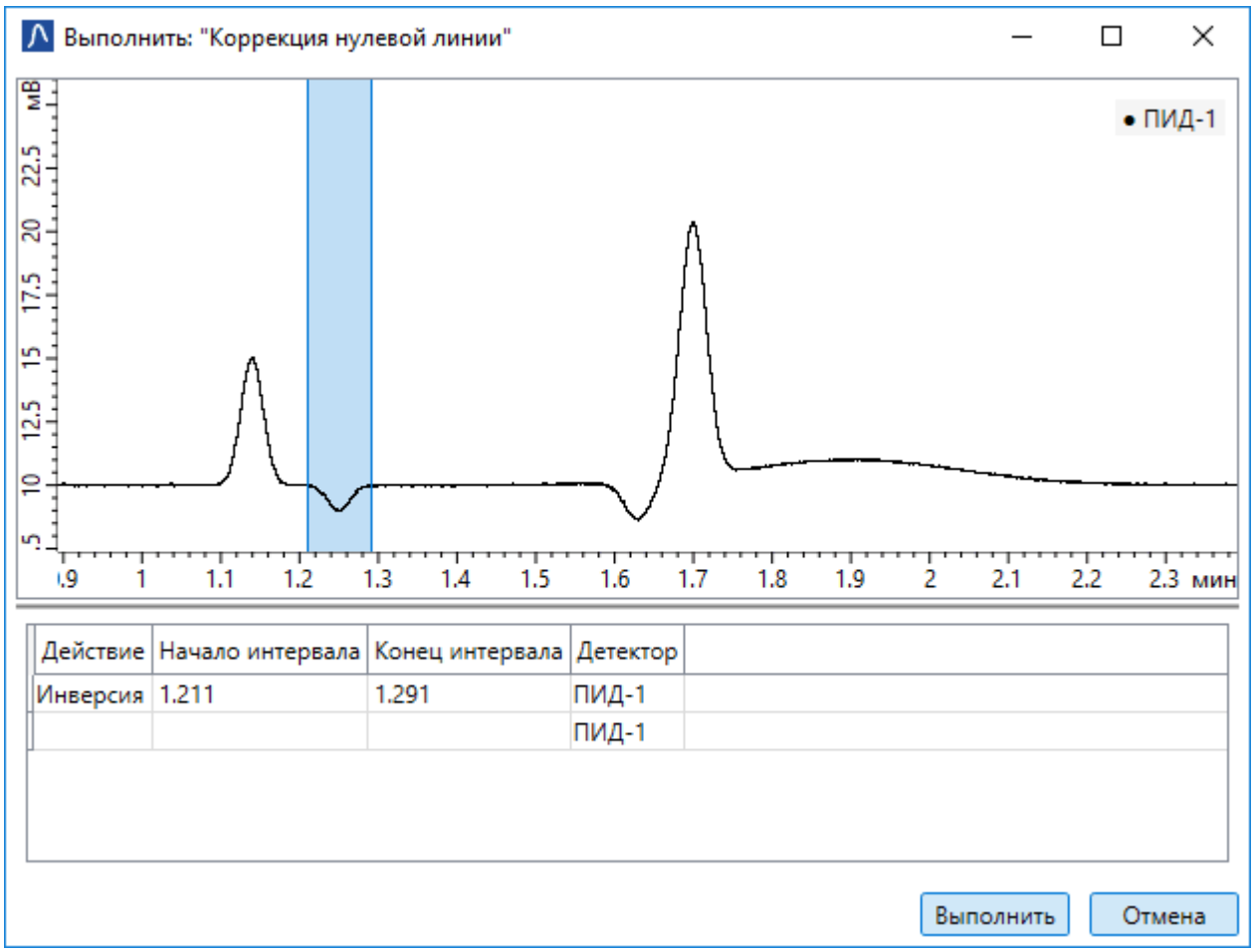


Рисунок 5.35 – Использование процесса "Коррекция нулевой линии"

5.5.8 Компенсация дрейфа

Для того, чтобы применить процесс, добавьте на главную панель инструментов кнопку **Компенсация дрейфа** из группы параметров **Процессы/Сервис**.

Компенсация дрейфа по заранее записанной хроматограмме холостого анализа

- Выберите хроматограмму холостого анализа (в её паспорте должно быть указано назначение: **Нулевая линия**).
- Включение галочки позволяет программе автоматически выбирать последнюю по времени нулевую. Если её следует указать явно, выключите галочку и выберите хроматограмму в списке.
- Выберите канал.

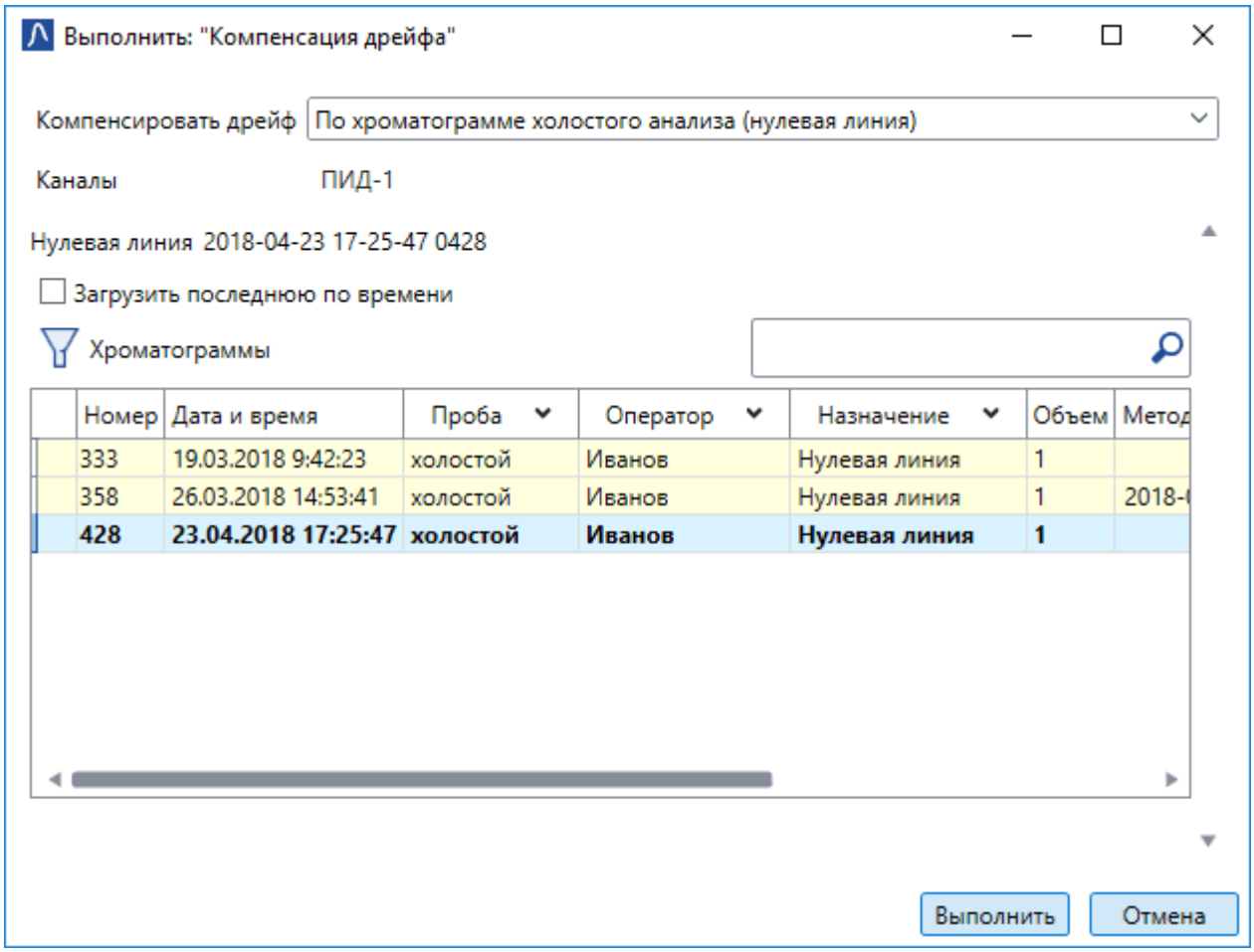


Рисунок 5.36 – Компенсация дрейфа по заранее записанной хроматограмме холостого анализа

1. Исходная хроматограмма.
2. Холостой анализ.
3. Результат компенсации дрейфа.

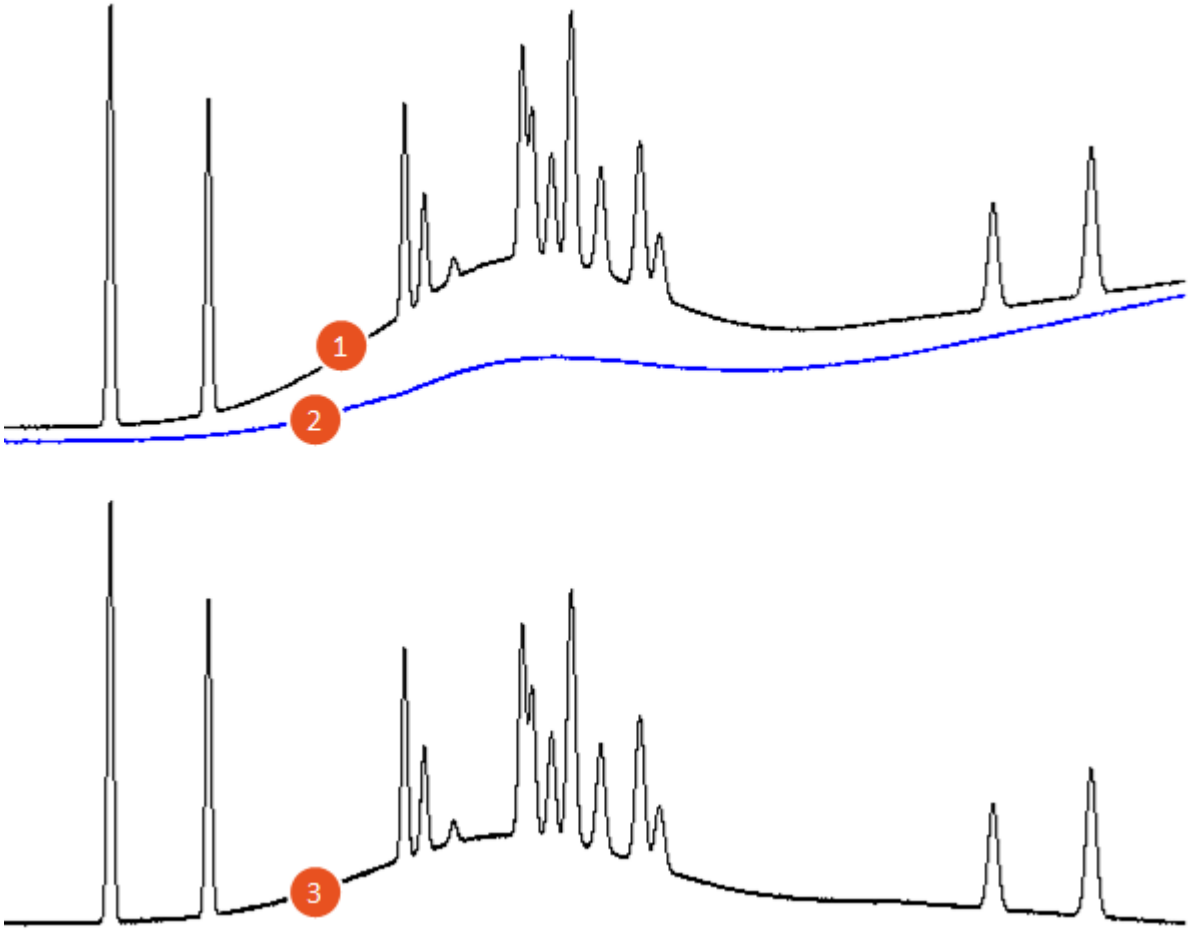


Рисунок 5.37 – Компенсация дрейфа по заранее записанной хроматограмме холостого анализа

Компенсация дрейфа с помощью виртуальной нулевой линии, построенной по текущей хроматограмме

Вычитаемую линию программа строит, заменяя области, где присутствует разметка пиков отрезками прямой, поэтому, при подготовке к выполнению компенсации дрейфа все пики нужно разметить, как отдельно стоящие. Это можно сделать с помощью события интегрирования долина-к-долине.

После выполнения компенсации дрейфа необходимо заново произвести расчёт хроматограммы, а событие "долина-к-долине" можно удалить.

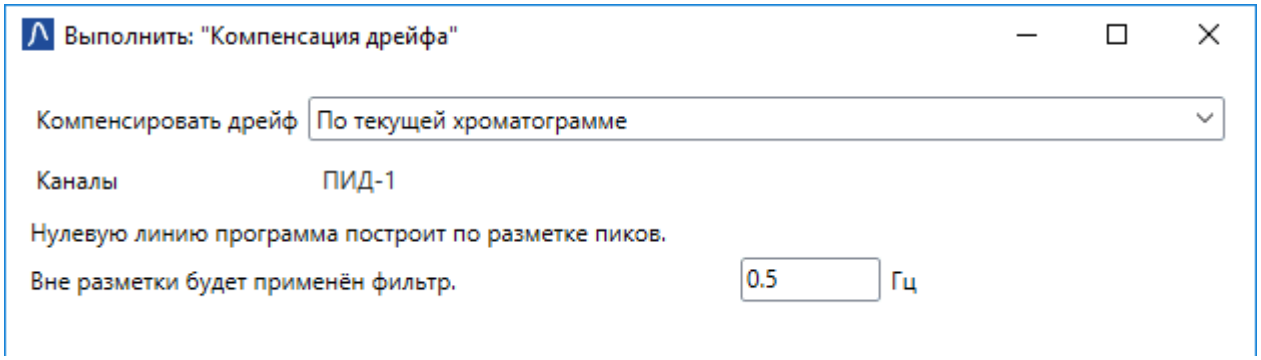


Рисунок 5.38 – Компенсация дрейфа с помощью виртуальной нулевой линии, построенной по текущей хроматограмме

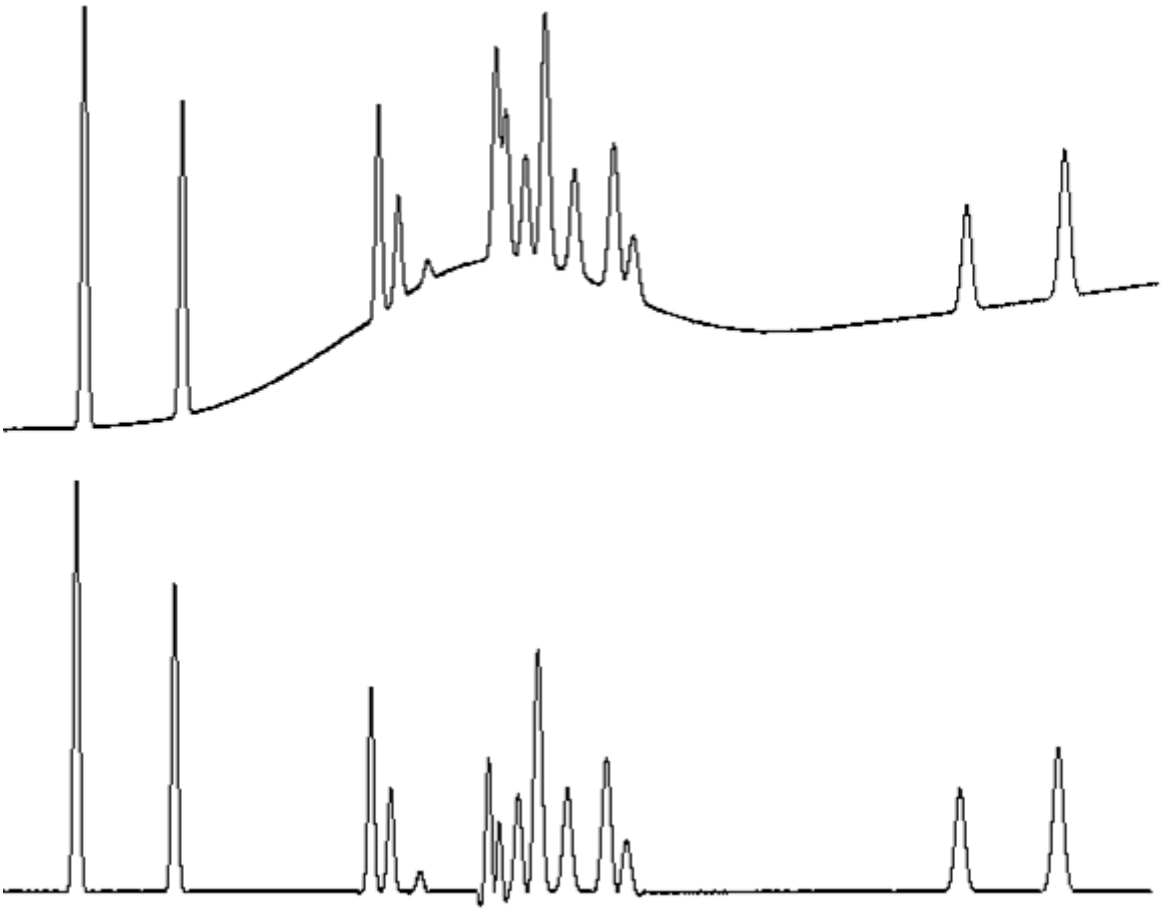


Рисунок 5.39 – Результат компенсации дрейфа

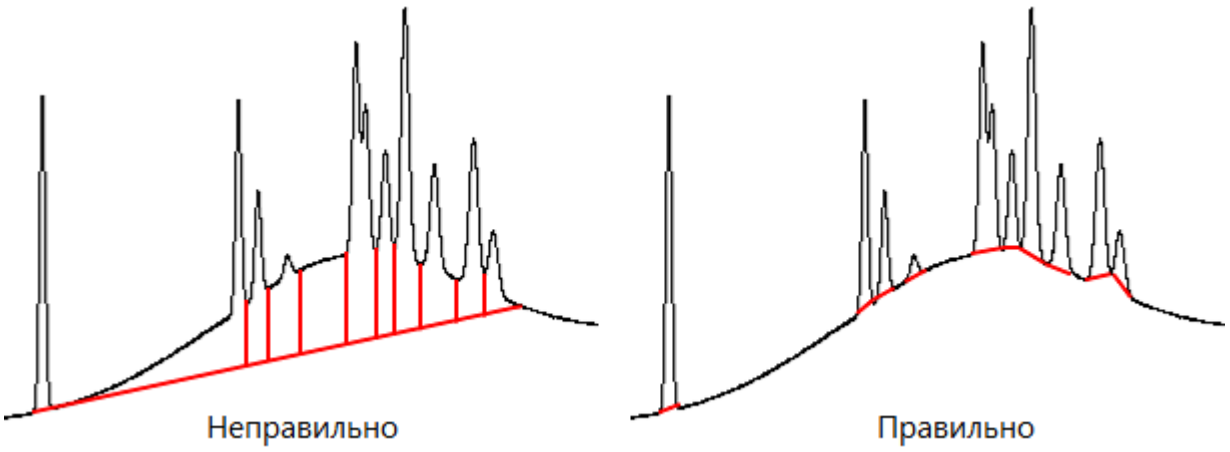


Рисунок 5.40 – Подготовка разметки базовой линии для компенсации дрейфа

5.5.9 Вычитание каналов

Данная операция похожа на компенсацию дрейфа, но обладает дополнительными возможностями, такими, как:

- Вычитание только одного канала (операция компенсация дрейфа работает со всеми каналами одновременно).
- Приведение частоты вычитаемого канала к частоте основного.
- Растягивание вычитаемого канала по принципу резиновой ленты с фиксацией в заданных точках. Необходимо для совмещения опорных пиков на обоих каналах для получения наиболее качественного результата.

Для того, чтобы применить процесс, добавьте на главную панель инструментов кнопку **Вычитание каналов** из группы параметров **Процессы/Сервис**.

При вызове данного процесса в таблицу совмещаемых точек добавляются точки начала и конца выбранных каналов, а также вершины опорных пиков. Оператор может изменить эти точки или удалить их с помощью клавиши **DELETE** на клавиатуре.

- Для использования операции выберите основной канал и вычитаемый. Последний может находиться на другой хроматограмме, она выбирается из списка справа.
- Задайте имя канала-результата.
- Нажмите **Выполнить**.

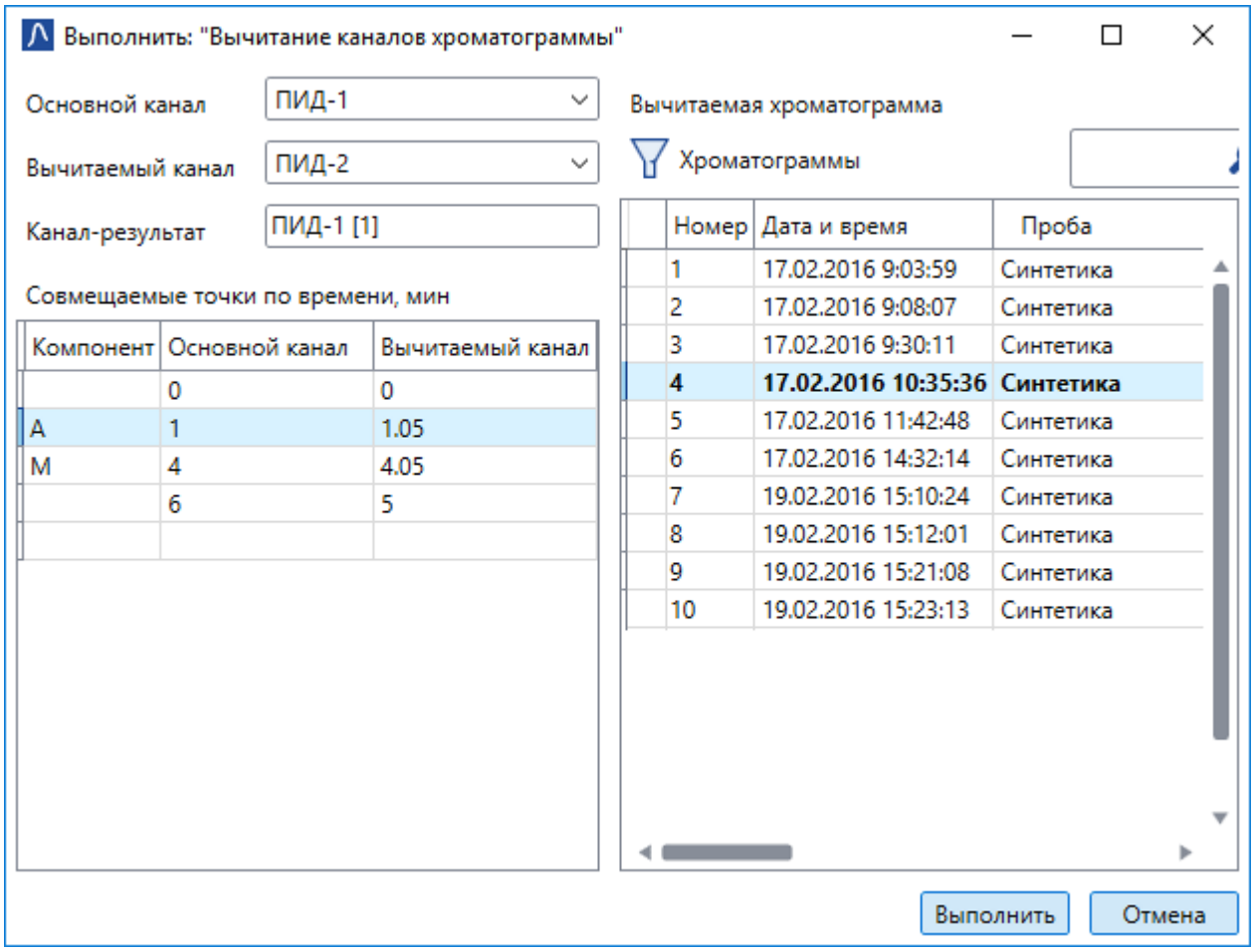


Рисунок 5.41 – Вычитание каналов хроматограммы

Пример использования вычитания каналов – реализация метода UOP 411

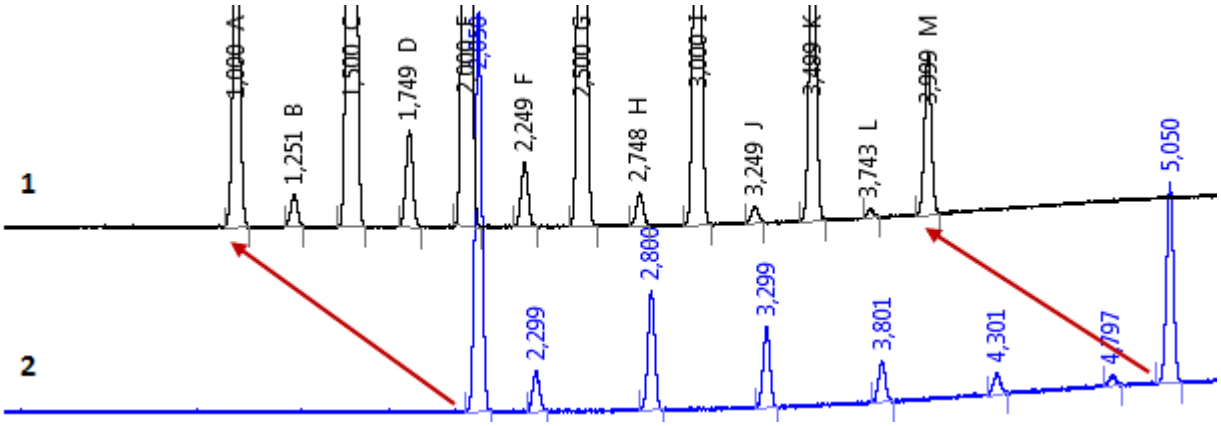
Данный метод вычитательной газовой хроматографии используется для определения общего содержания нормальных парафинов, содержания индивидуальных парафинов и общего содержания ненормальных парафиновых углеводородов в керосиновых и дизельных нефтяных дистиллятах.

Реализация метода:

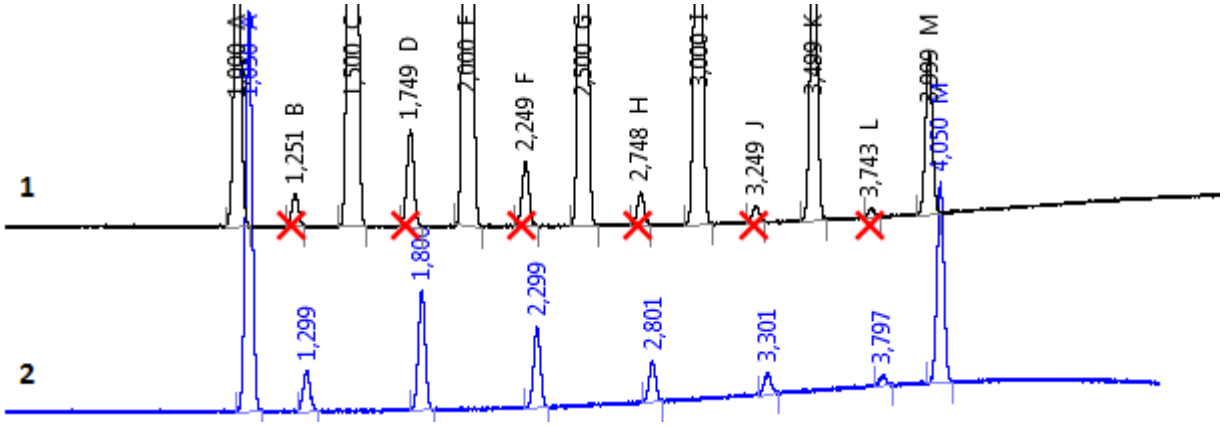
- Проба вводится в капиллярный испаритель, начинается анализ.
- Далее эта же проба вводится во второй капиллярный испаритель, лайнер в котором заполнен молекулярными ситами CaA.
- В результате получается двухканальная хроматограмма. Пики на втором канале имеют большее время удерживания, чем на первом из-за задержки второго ввода.
- Производится вычитание второго канал из первого. На получившемся канале присутствуют только пики нормальных парафинов.

Канал 2 – хроматограмма пробы, прошедшей через молекулярные сита.

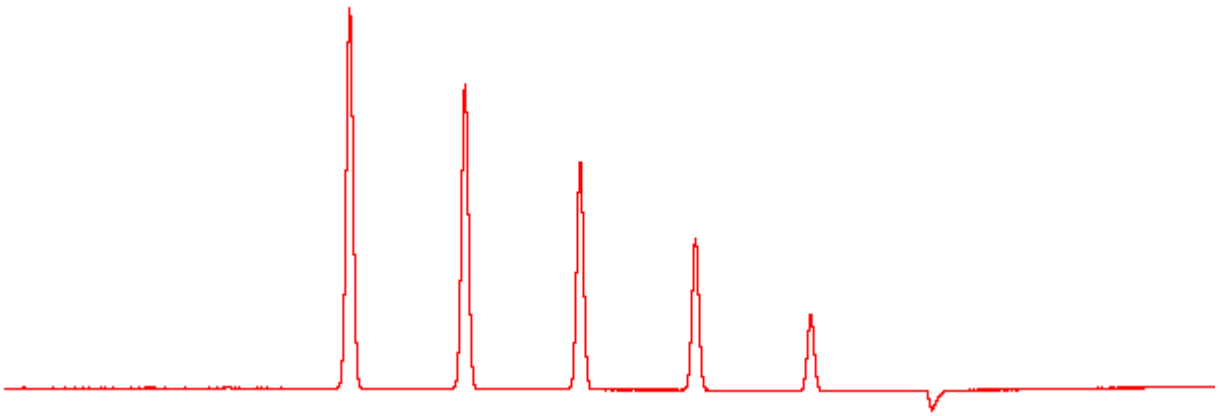
Перед применением вычитания каналов нужно максимально совместить одноименные опорные пики. Для этого применяется сдвиг канала.



Далее проводится вычитание. Цель – удалить пики, отмеченные крестиками:



Результат вычитания. На результирующем канале остались только пики нормальных парафинов:



5.6 Формулы пользователя

В "Хроматэк Аналитик 3.1" пользователь может сам создавать формулы расчётов. Навыки программирования для этого не требуются.

Рассмотрим процедуру создания формул пользователя на примере:

Допустим, мы создали метод для определения концентраций компонентов в массовых % и нам дополнительно требуется вычислить концентрации в объёмных %. Для такого расчёта используется следующая формула:

$$C_{i\ \text{об}\ \%} = \frac{\rho_{\text{пробы}} \times C_{i\ \text{масс}\ \%}}{\rho_i}$$

Для её использования нам нужно задать два параметра:

$\rho_{\text{пробы}}$ – плотность пробы, кг/м^3.

ρ_i – плотность компонента, кг/м^3.

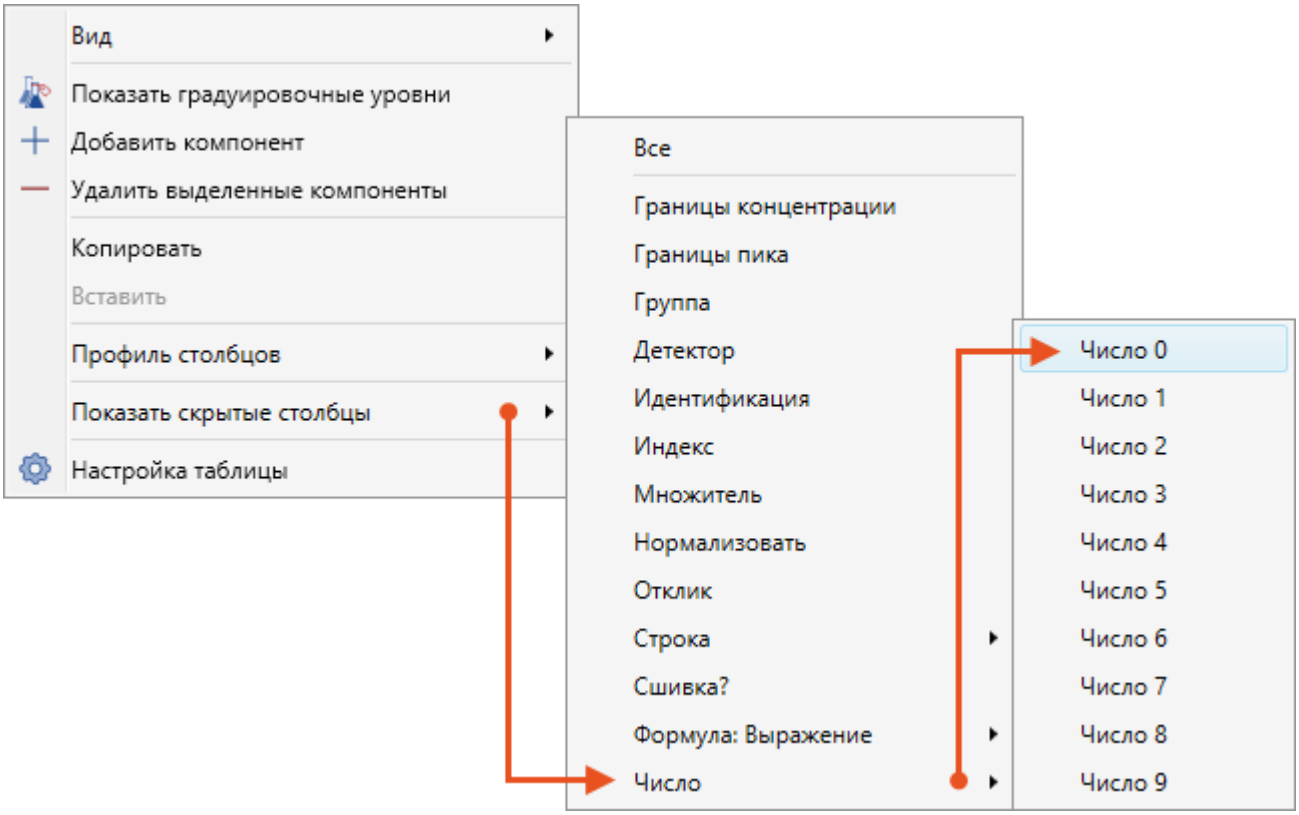
Этих параметров в программе не предусмотрено, но можем добавить их сами.

Плотность пробы нужно добавить в паспорт хроматограммы.

Плотность компонента нужно добавить в таблицу **Компоненты**.

Для задания пользовательских параметров в таблицах **Компоненты** и **Результат** предусмотрены специальные параметры – **Число 0** … **Число 9**. Эти параметры мы можем переименовать, как угодно.

Для задания плотности компонента добавим в таблицу параметр **Число 0**.



Название	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения
МТБЭ	9.920	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	15	% масс.
ТАМЭ	12.019	1.000	вн.стандарт	Y = 0.047·X	15	% масс.
метанол	15.429	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	1	% масс.
т-бутанол	15.673	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	7	% масс.
изопропанол	16.506	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.
этанол	16.897	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	5	% масс.
вторбутанол	20.343	1.000	вн.стандарт	Y = 0.013·X	10	% масс.
пропанол	20.994	1.000	вн.стандарт	Y = 0.012·X	10	% масс.
изобутанол	22.622	1.000	вн.стандарт	Y = 0.014·X	10	% масс.
бутилацетат	23.795	1.000	вн.стандарт	Y = 0.011·X	10	% масс.
бутанол	25.271	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.

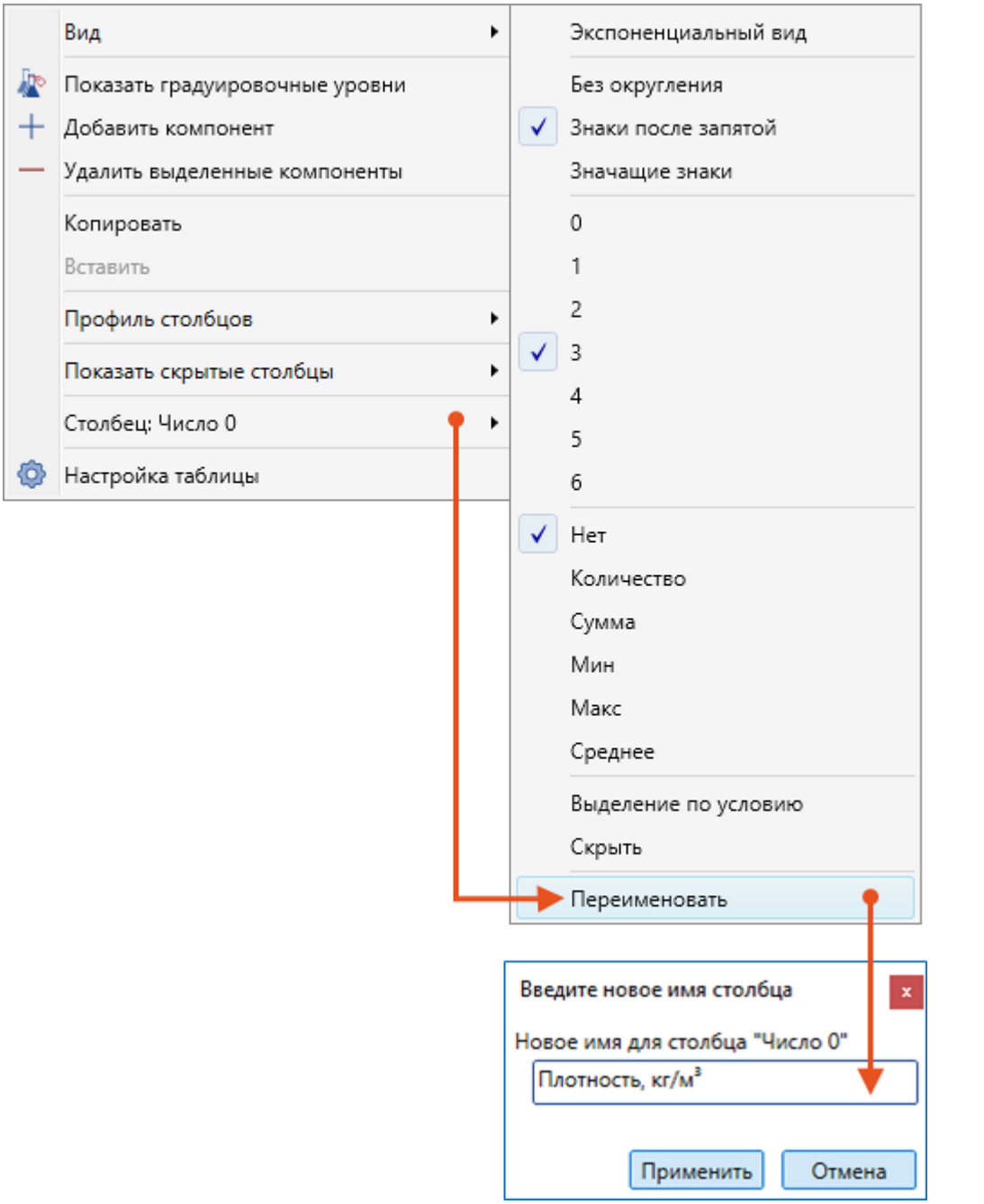
Рисунок 5.42 – Добавление параметра Число 0 (Для задания плотности компонента)

Зададим в добавленном столбце значения плотностей компонентов.

Название	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения	Число 0
МТБЭ	9.920	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	15	% масс.	745.300
ТАМЭ	12.019	1.000	вн.стандарт	Y = 0.047·X	15	% масс.	775.200
метанол	15.429	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	1	% масс.	795.800
т-бутанол	15.673	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	7	% масс.	791.000
изопропанол	16.506	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	789.500
этанол	16.897	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	5	% масс.	794.800
вторбутанол	20.343	1.000	вн.стандарт	Y = 0.013·X	10	% масс.	805.800
пропанол	20.994	1.000	вн.стандарт	Y = 0.012·X	10	% масс.	813.300
изобутанол	22.622	1.000	вн.стандарт	Y = 0.014·X	10	% масс.	810.600
бутилацетат	23.795	1.000	вн.стандарт	Y = 0.011·X	10	% масс.	881.300
бутанол	25.271	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	813.300

Рисунок 5.43 – Добавленный параметр "Число 0"

Переименуем столбец:



Название	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения	Число 0
МТБЭ	9.920	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	15	% масс.	745.300
ТАМЭ	12.019	1.000	вн.стандарт	Y = 0.047·X	15	% масс.	775.200
метанол	15.429	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	1	% масс.	795.800
т-бутанол	15.673	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	7	% масс.	791.000
изопропанол	16.506	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	789.500
этанол	16.897	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	5	% масс.	794.800
вторбутанол	20.343	1.000	вн.стандарт	Y = 0.013·X	10	% масс.	805.800
пропанол	20.994	1.000	вн.стандарт	Y = 0.012·X	10	% масс.	813.300
изобутанол	22.622	1.000	вн.стандарт	Y = 0.014·X	10	% масс.	810.600
бутилацетат	23.795	1.000	вн.стандарт	Y = 0.011·X	10	% масс.	881.300
бутанол	25.271	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	813.300

Рисунок 5.44 – Переименование столбца "Число 0" в "Плотность, кг/м^3"

Аналогично добавим столбец "Формула 0" и переименуем его в "Концентрация, об.%":

Название	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения	Плотность, кг/м³	Концентрация об.%
МТБЭ	9.920	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	15	% масс.	745.300	
ТАМЭ	12.019	1.000	вн.стандарт	Y = 0.047·X	15	% масс.	775.200	
метанол	15.429	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	1	% масс.	795.800	
т-бутанол	15.673	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	7	% масс.	791.000	
изопропанол	16.506	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	789.500	
этанол	16.897	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	5	% масс.	794.800	
вторбутанол	20.343	1.000	вн.стандарт	Y = 0.013·X	10	% масс.	805.800	
пропанол	20.994	1.000	вн.стандарт	Y = 0.012·X	10	% масс.	813.300	
изобутанол	22.622	1.000	вн.стандарт	Y = 0.014·X	10	% масс.	810.600	
бутилацетат	23.795	1.000	вн.стандарт	Y = 0.011·X	10	% масс.	881.300	
бутанол	25.271	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	813.300	

Рисунок 5.45 – Добавлен столбец "Формула 0" и переименован в "Концентрация, об.%"

Далее:

Выделим ячейку в столбце "Концентрация, об.%" и нажмём на кнопку в ячейке.

Название	Время, мин	Окно, %	Стандарт	Функция	Концентрация	Ед. измерения	Плотность, кг/м³	Концентрация об.%
МТБЭ	9.920	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	15	% масс.	745.300	
ТАМЭ	12.019	1.000	вн.стандарт	Y = 0.047·X	15	% масс.	775.200	
метанол	15.429	1.000	вн.стандарт	Y = 0.004·X	1	% масс.	795.800	
т-бутанол	15.673	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	7	% масс.	791.000	
изопропанол	16.506	1.000	вн.стандарт	Y = 0.008·X	10	% масс.	789.500	
этанол	16.897	1.000	вн.стандарт	Y = 0.006·X	5	% масс.	794.800	
вторбутанол	20.343	1.000	вн.стандарт	Y = 0.013·X	10	% масс.	805.800	
пропанол	20.994	1.000	вн.стандарт	Y = 0.012·X	10	% масс.	813.300	
изобутанол	22.622	1.000	вн.стандарт	Y = 0.014·X	10	% масс.	810.600	
бутилацетат	23.795	1.000	вн.стандарт	Y = 0.011·X	10	% масс.	881.300	

Рисунок 5.46 – Вызов редактора формул

Появится диалог "Редактор формул" (см. рисунок ниже). В этом диалоге:

- В ветке **Параметры хроматограммы / Хроматограмма / Пользовательские поля / Плотность пробы** дважды щёлкнем по параметру Значение. Он добавится в поле для ввода формулы.
- В ветке **Параметры компонента / Расчёт / Концентрация дважды щёлкнем по параметру Значение**.
- Добавим символ умножения (*).
- В ветке **Параметры компонента / Пользовательские числа дважды щёлкнем по параметру Число 0**.
- Добавим символ деления (/).
- Чтобы оценить результат расчёта по формуле нажмём **Выполнить**.
- Нажмём **Применить**.

Формулу нужно добавить для всех компонентов, где она нужна.

В очередь добавьте процесс – Расчёт по формулам пользователя. Он выполняет вычисления по заданным формулам.

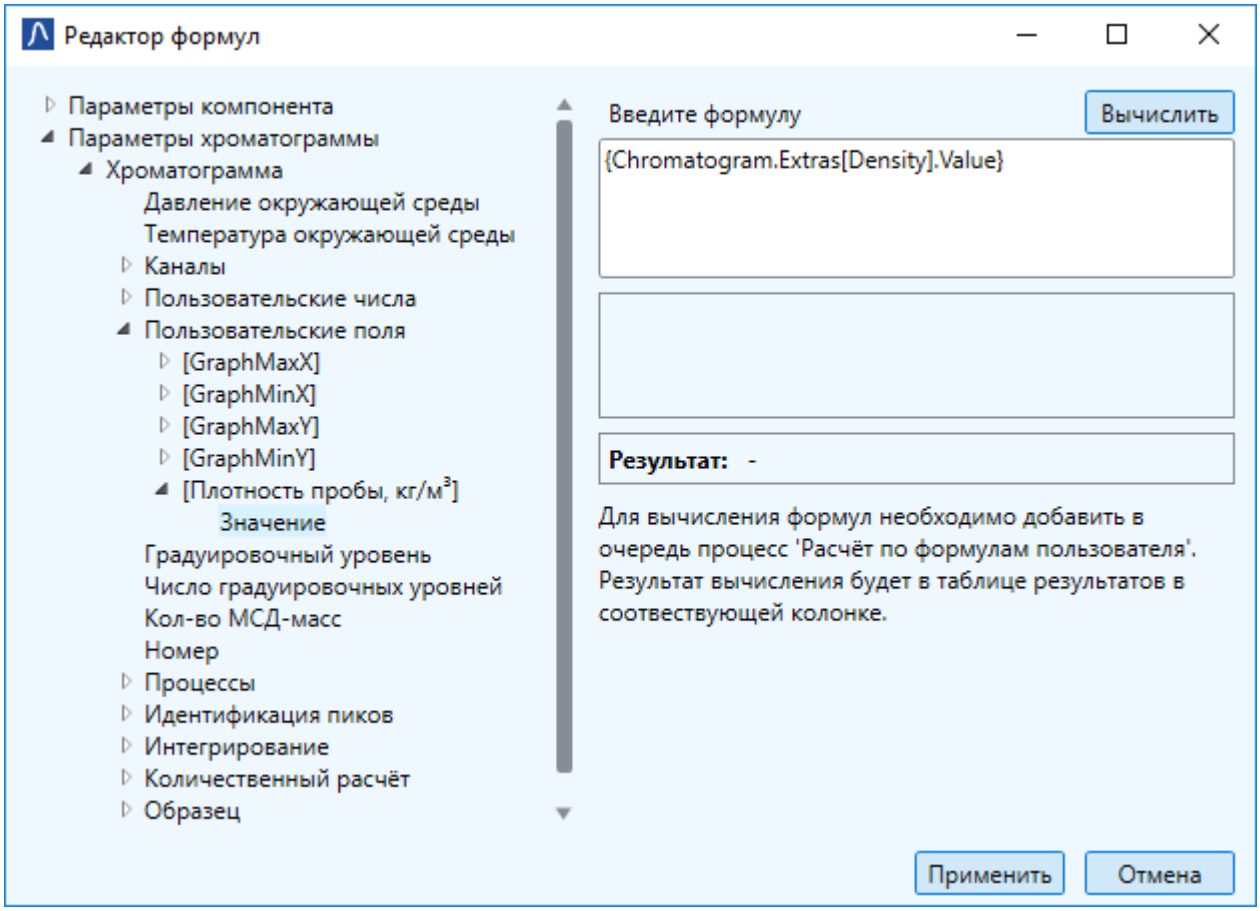


Рисунок 5.47 – Редактор формул. Добавление плотности пробы

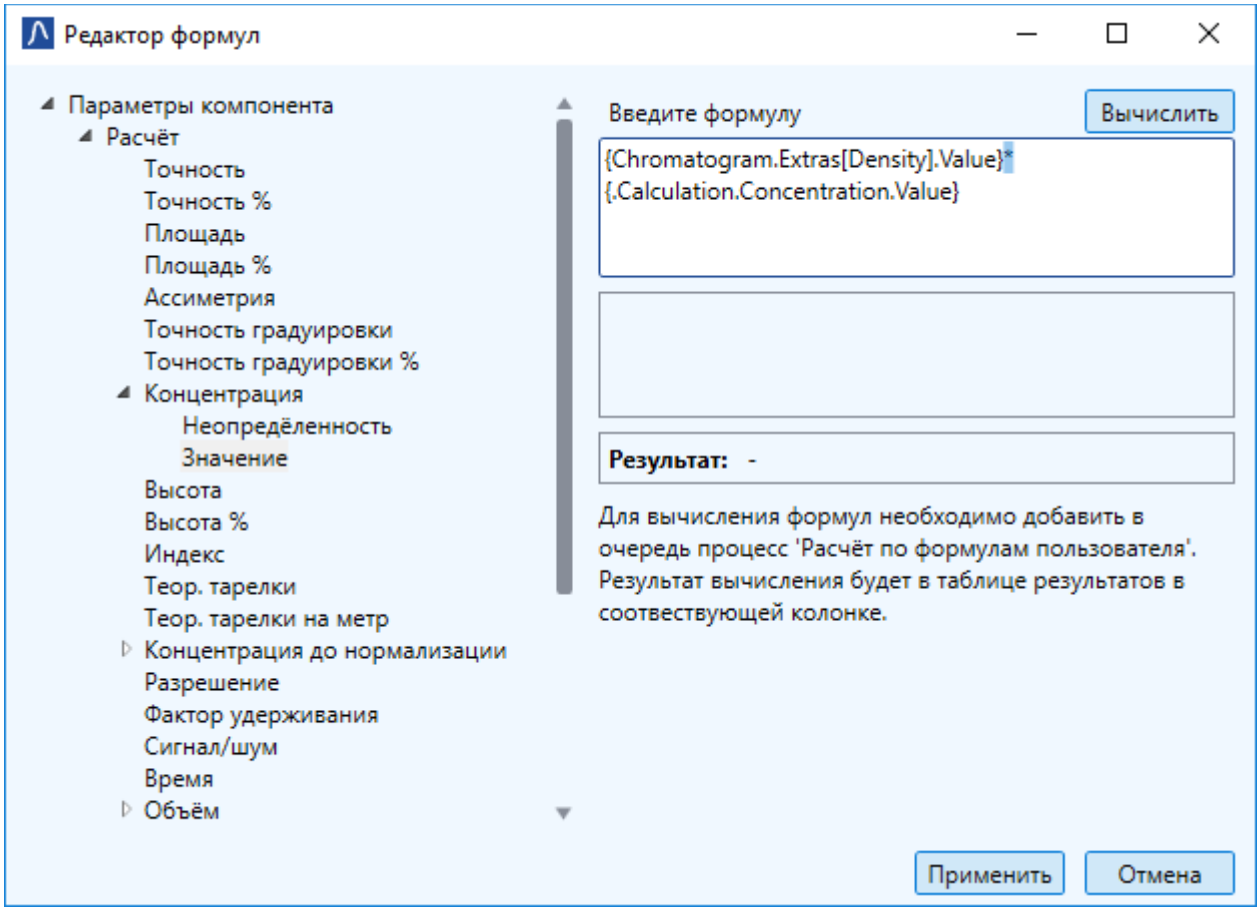


Рисунок 5.48 – Редактор формул. Добавление концентрации компонента

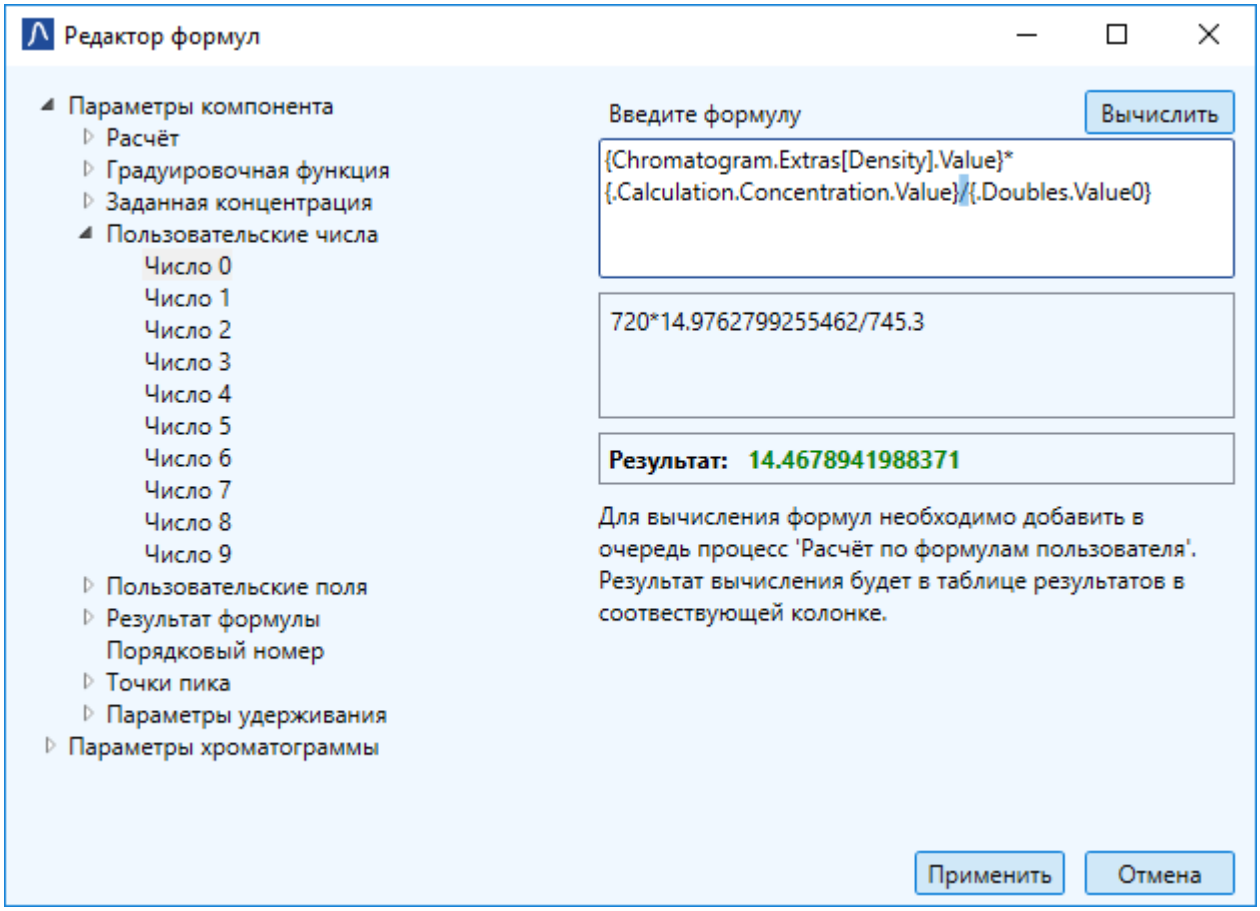


Рисунок 5.49 – Редактор формул. Добавление плотности компонента

Вы можете использовать в формулах **сумму** площадей, концентраций или иных параметров, **среднее**, **минимальное** или **максимальное** значение параметра среди всех компонентов.

Для этого параметр нужно выбрать из ветки **Параметры хроматограммы / Каналы / (Коллекция) / Компоненты / (Коллекция) / Расчёт**.

Обратите внимание, если вы выбираете коллекцию каналов, то сумма (среднее, минимум, максимум) будет вычислена для компонентов во всех каналах. Если нужно проводить вычисления только в одном канале, то и выбирать следует не коллекцию, а конкретный канал.

Это касается и компонентов. Вы можете выбрать не все компоненты, а конкретный.

Далее дважды щёлкните мышью по интересующему параметру и укажите, что нужно вычислить – **сумму**, **среднее**, **минимум** или **максимум**.

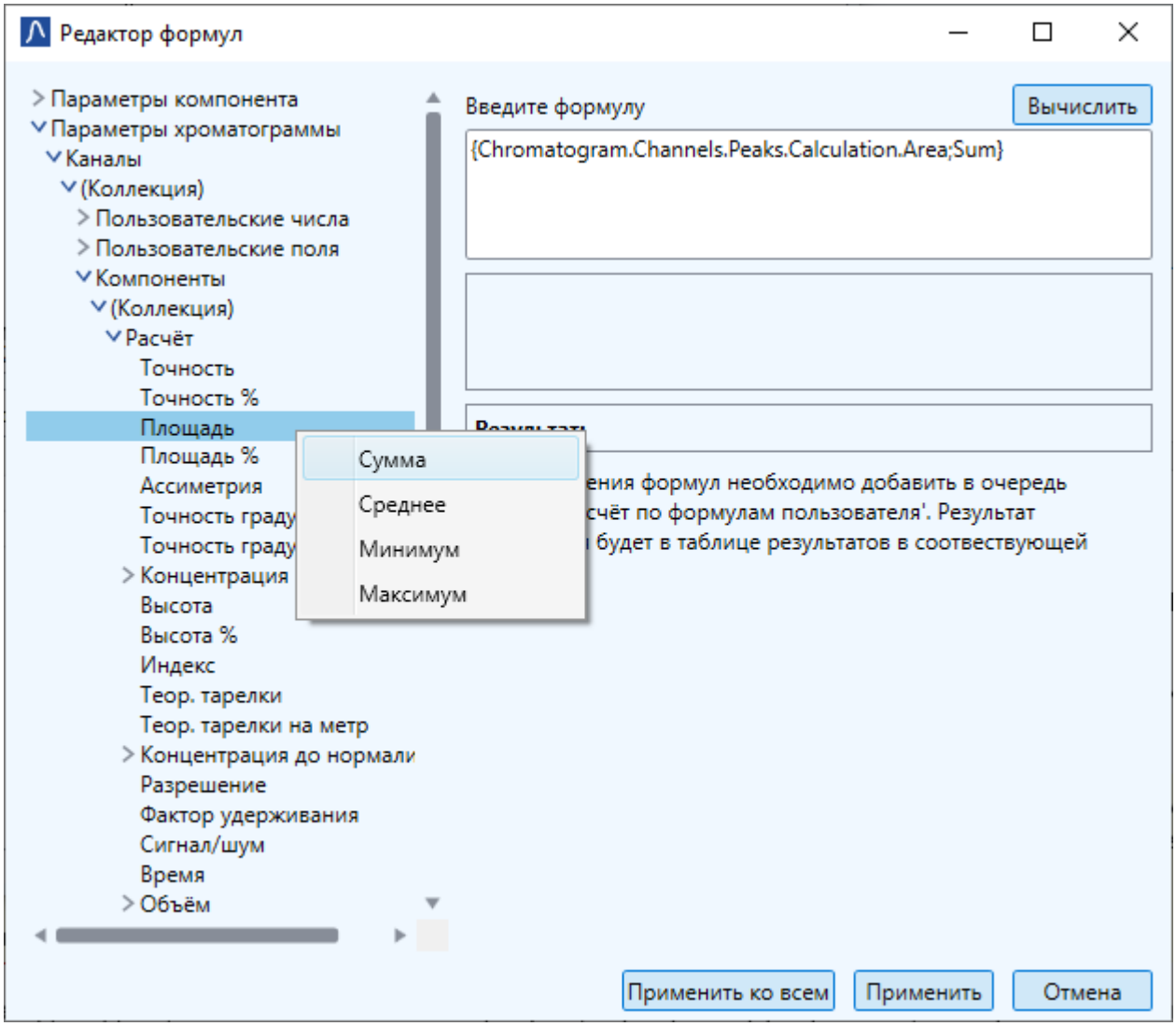


Рисунок 5.50 – Редактор формул. Добавление суммы площадей всех компонентов во всех каналах

5.7 Расширения

По умолчанию в "Хроматэк Аналитик" доступны три расширения:

- Расчёт средних.
- Групповые операции.
- Специальные расчёты.

Специальные расчёты описаны в отдельном руководстве пользователя.

Подключить дополнительные расширения вы можете в настройках программы, или с помощью контекстного меню.

Щёлкните мышью в области расширений.

В меню выберите **Показать** / (**Интересующее расширение, например – Все: МСД)**.

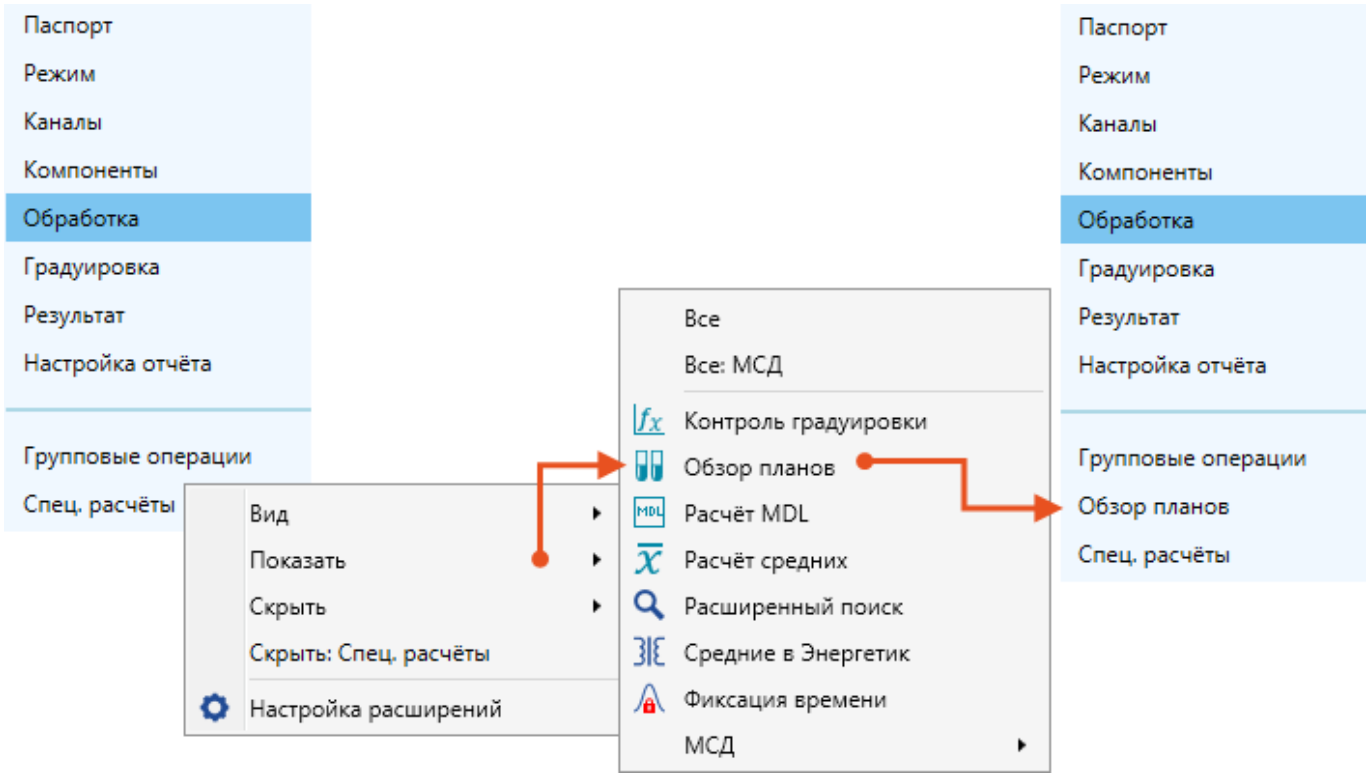


Рисунок 5.51 – Добавление расширений с помощью контекстного меню

- При переходе в расширение изменяется вид окна "Хроматэк Аналитик". Для возврата в основное окно нужно нажать кнопку **Назад в Аналитик**.
- Если нажать на ссылку, название расширения над панелью инструментов, откроется контекстное меню, с помощью которого ярлык быстрого запуска расширения можно добавить на рабочий стол (одновременно "Хроматэк Навигатор" и "Windows").

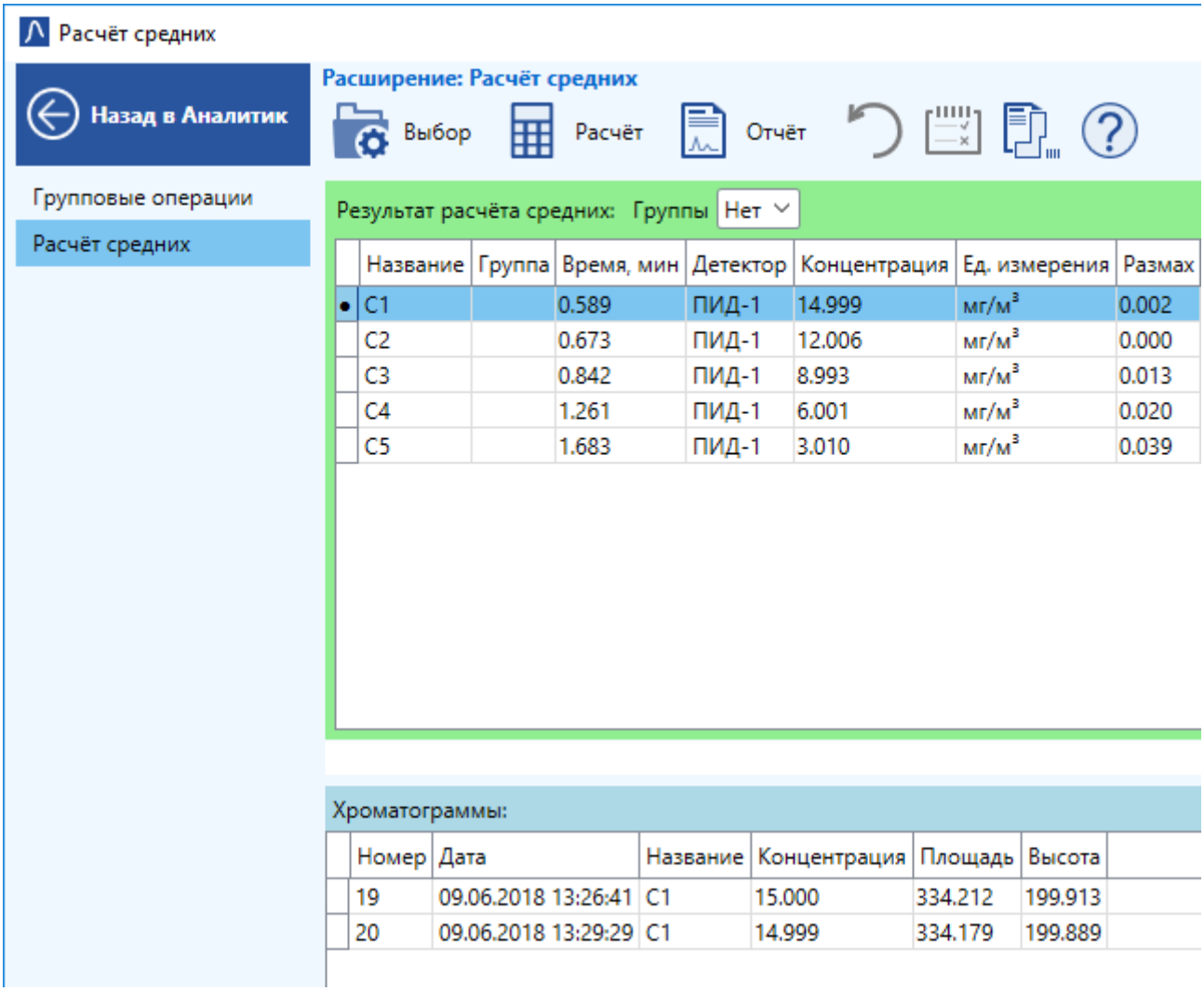


Рисунок 5.52 – Вид окна расширения

5.7.1 Групповые операции

Групповую обработку так же называют пакетной.

"Хроматэк Аналитик" позволять проводить следующие операции с группами хроматограмм:

- Обработка по образцу.
- Установка параметров паспорта сразу у нескольких хроматограмм.
- Создание метода.
- Экспорт хроматограмм.
- Импорт хроматограмм.
- Удаление хроматограмм.

На боковой панели выберите закладку **Групповые операции**.

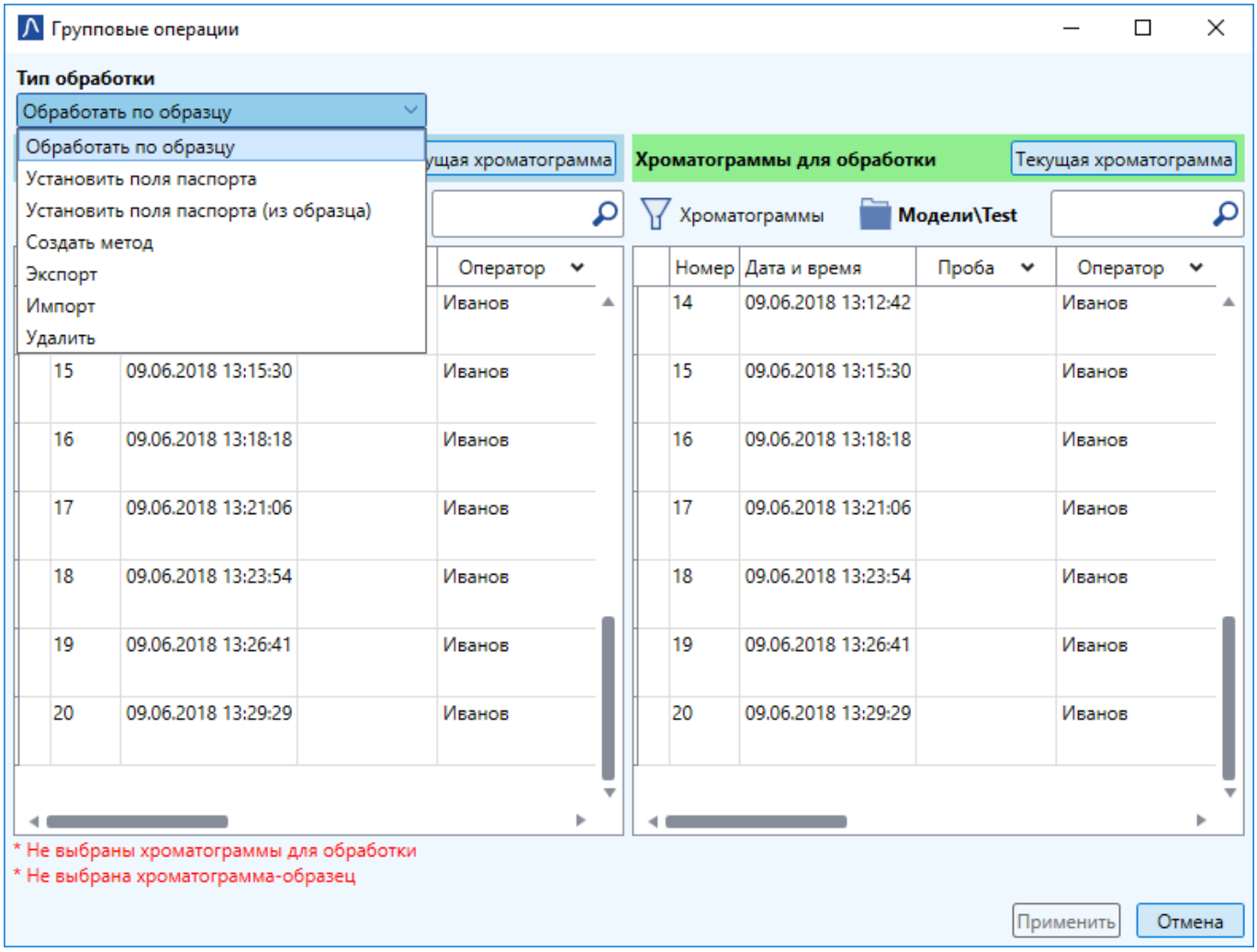


Рисунок 5.53 – Групповые операции

5.7.1.1 Обработка по образцу

- Выберите тип операции – **Обработка по образцу**.
- Если необходимо в качестве образца выбрать метод, воспользуйтесь фильтром списка.
- Выберите образец в таблице справа.
- Выберите хроматограммы, которые нужно обработать.
- Нажмите **Применить**.

В качестве образца можно использовать не только методы, но любую хроматограмму.

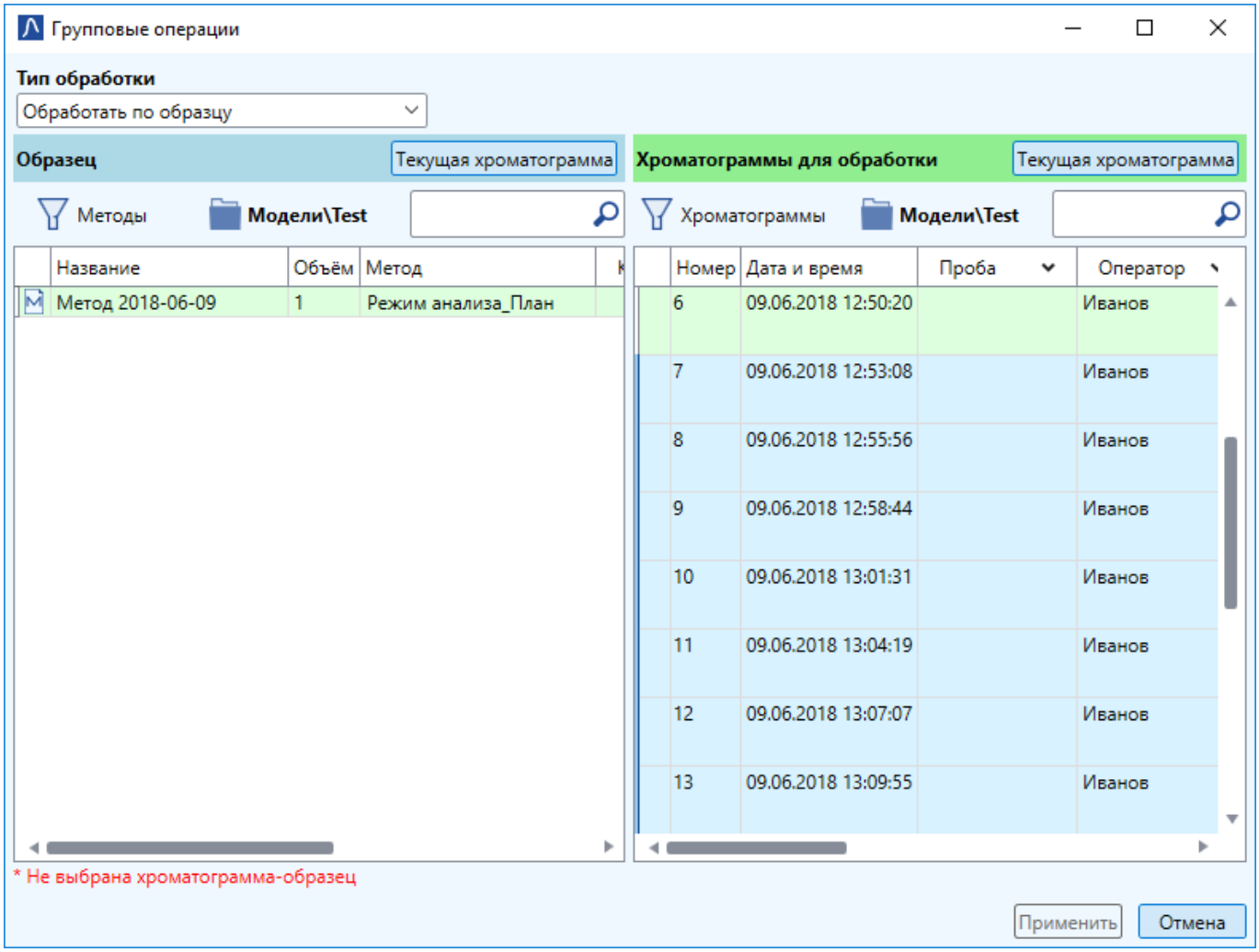


Рисунок 5.54 – Групповые операции. Обработка по образцу

5.7.1.2 Установка полей паспорта

Эту операцию можно выполнить двумя способами:

- Задать поля паспорта явно.
- Скопировать поля паспорта из выбранного образца.
- Выберите тип операции – **Установить поля паспорта**.
- Включите галочки у тех полей, которые вы хотите изменить в выбранных хроматограммах.
- Задайте новые значения полей.
- Выберите хроматограммы.
- Нажмите кнопку **Применить**.

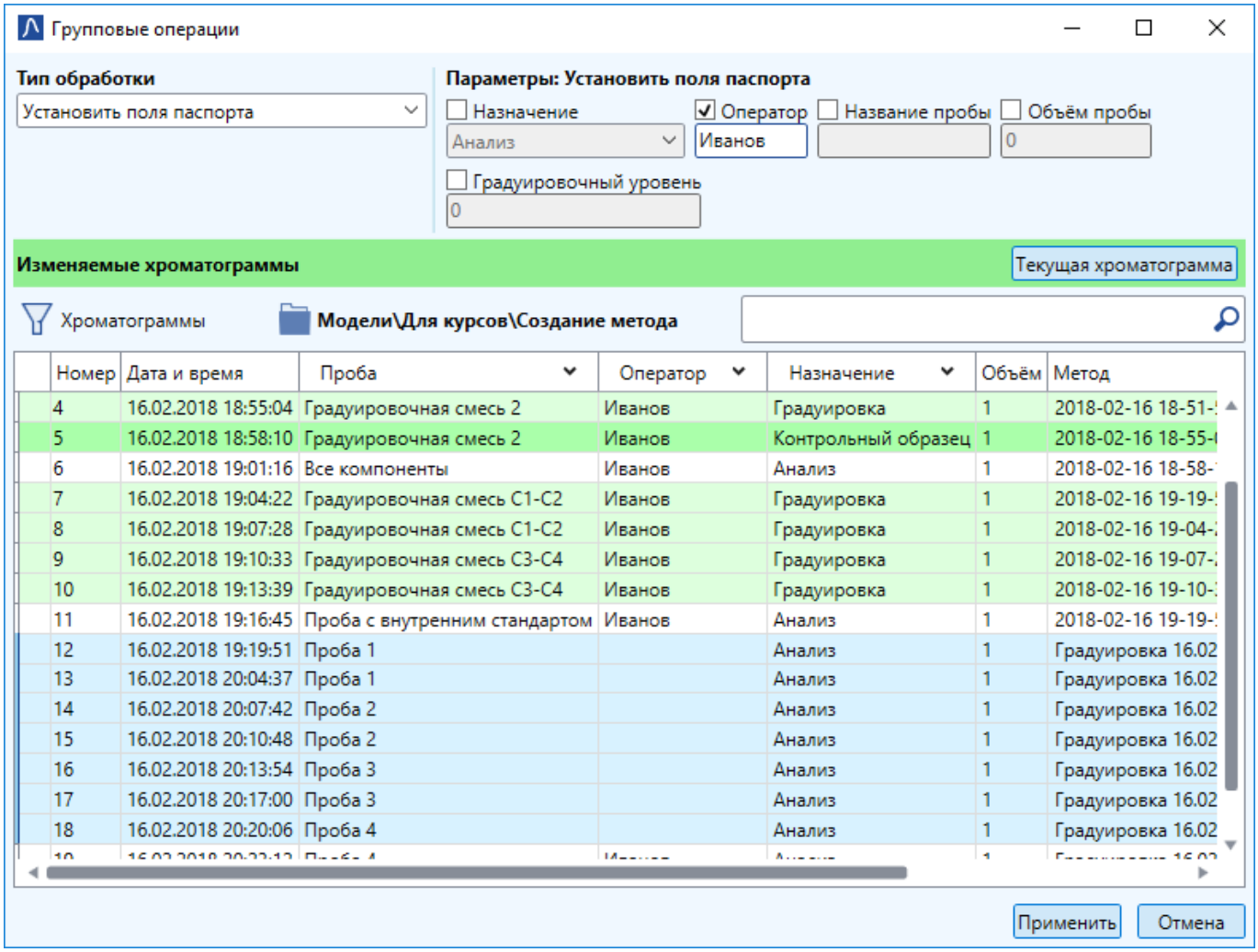


Рисунок 5.55 – Групповые операции. Установка полей паспорта

5.7.1.3 Создать метод

Операция позволяет создать метод с градуировкой из группы хроматограмм, в которой обработана всего одна.

Данная операция может быть полезна в случае, если вы записали с помощью Планировщика серию хроматограмм, но при этом не настроили Планировщик таким образом, чтобы он сам создал метод.

- Выберите тип операции – **Создать метод**.
- Выберите образец (одна из хроматограмм в группе должна быть уже обработана).
- Выберите хроматограммы.
- Если вы проводите многоуровневую градуировку, перейдите на закладку **Градуировочные уровни**.
- Задайте для выбранных хроматограмм номера их градуировочных уровней (они должны быть настроены в хроматограмме-образце).
- Введите имя метода.
- Нажмите на кнопку **Применить**.

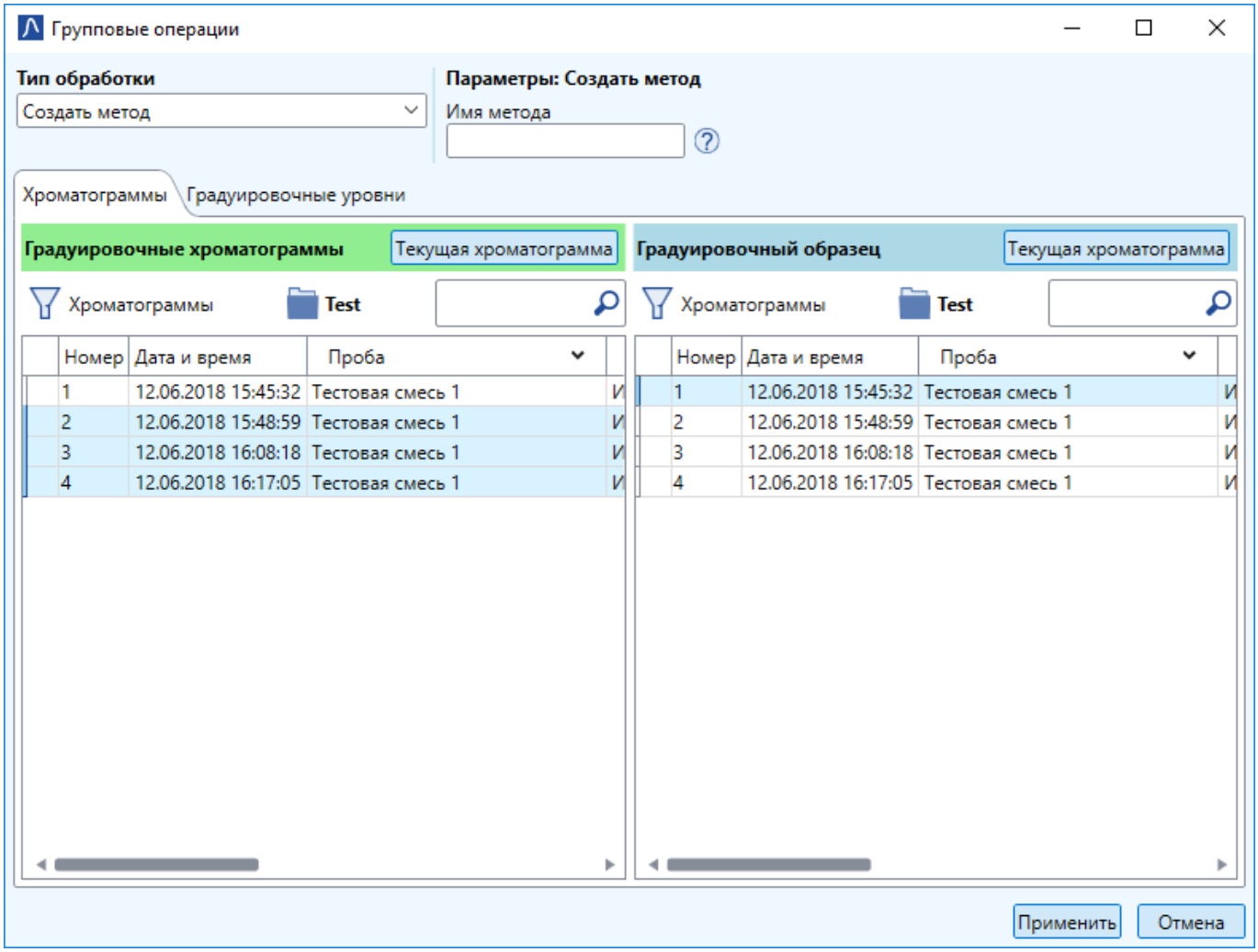


Рисунок 5.56 – Групповые операции. Создание метода

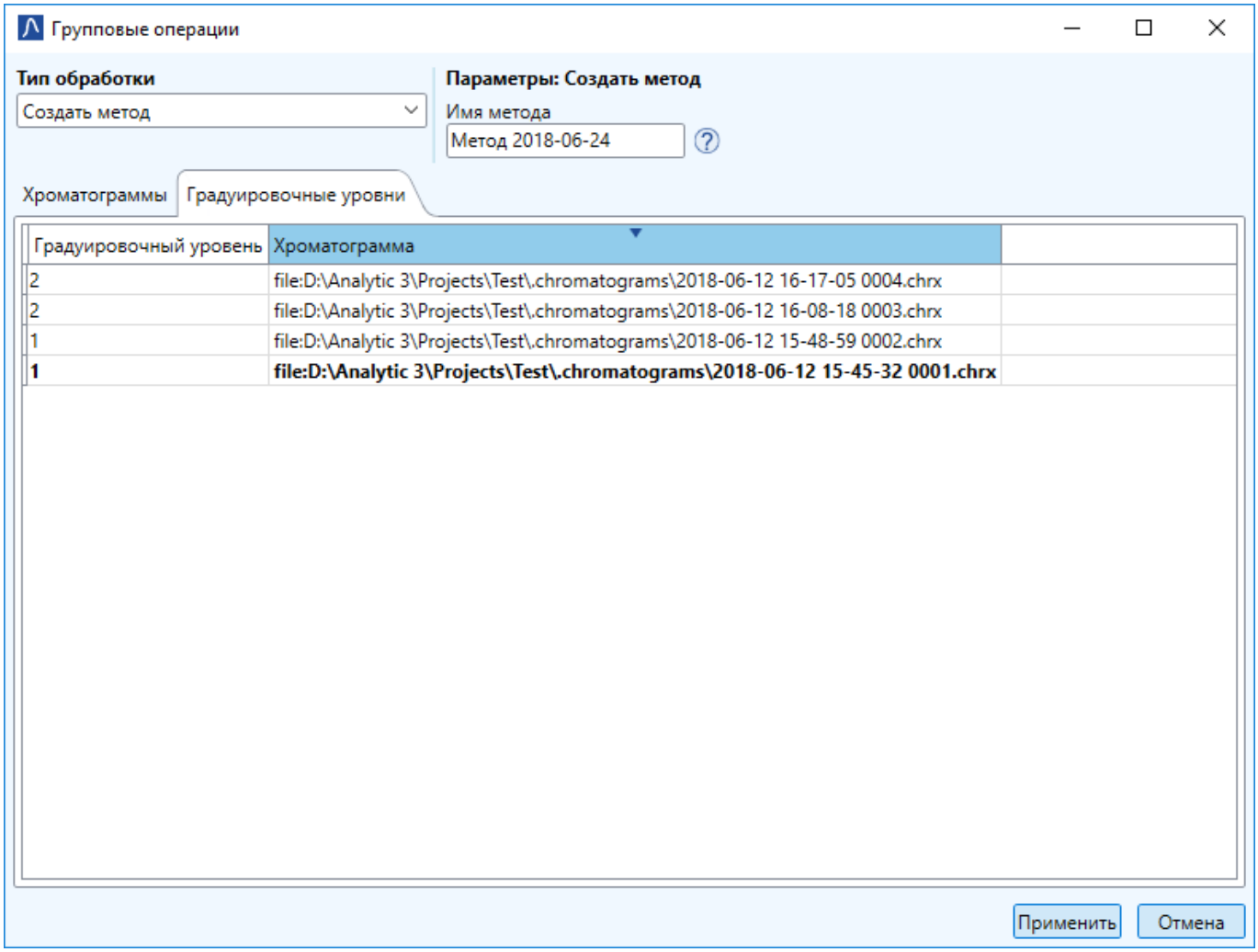


Рисунок 5.57 – Групповые операции. Создание метода. Градуировочные уровни

5.7.1.4 Экспорт

"Хроматэк Аналитик" позволяет экспортировать хроматограммы в различные форматы несколькими способами, в зависимости от особенностей формата. Экспорт в файлы XLSX, CSV, TXT, HTML, XML, CDF выполняется с помощью соответствующих процессов.

Экспорт в **Групповых операциях** позволяет создать из выбранных хроматограмм архив. Чаще всего это имеет смысл для отправки хроматограмм по электронной почте. Конечно, хроматограммы можно упаковать в архив и сторонними средствами, но при описываемом варианте экспорта в этом же архиве будут сохранены **настройки проекта**, что очень важно.

- Выберите тип операции – **Экспорт**.
- Задайте имя архива.
- Выберите хроматограммы.
- Нажмите на кнопку **Применить**.

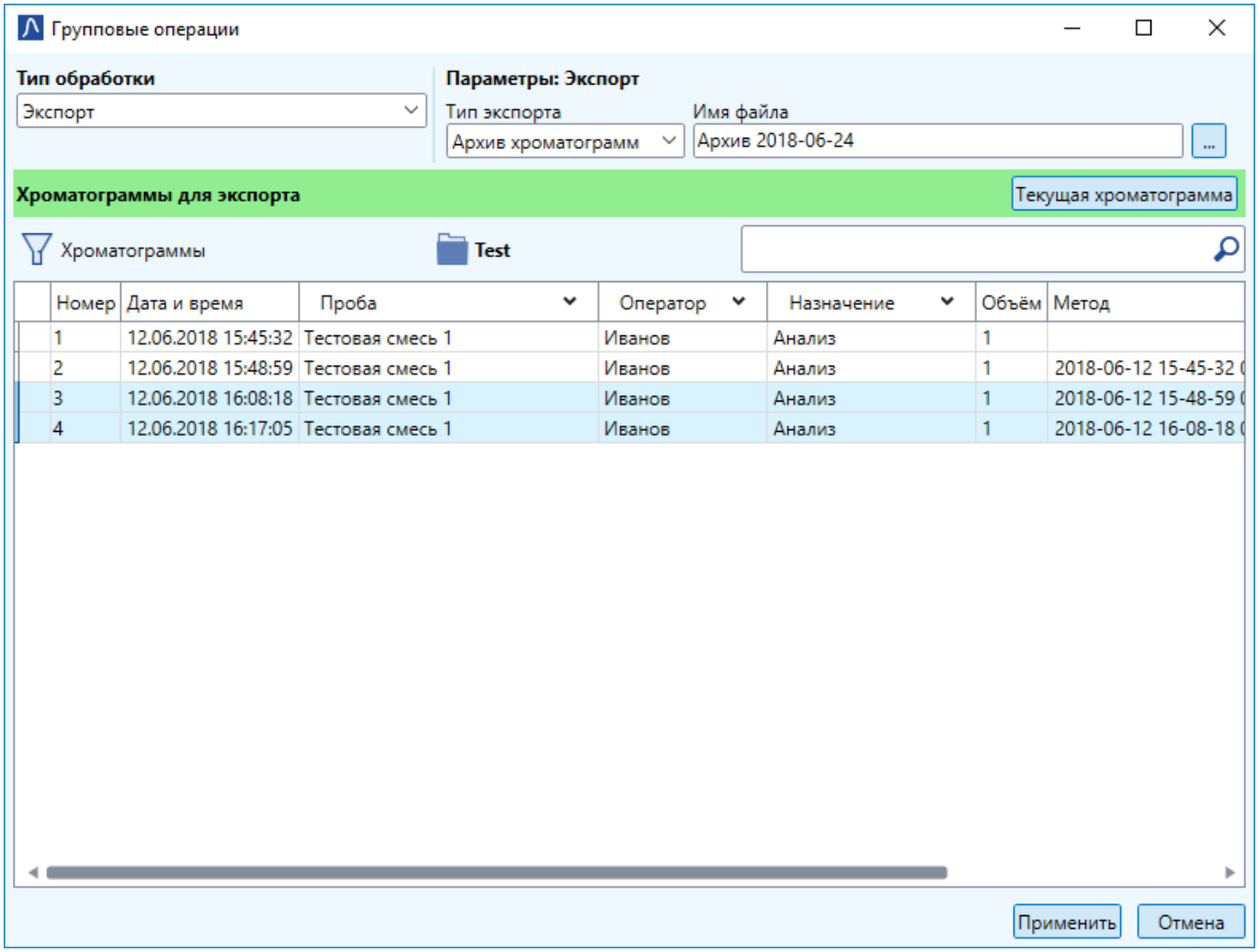


Рисунок 5.58 – Групповые операции. Экспорт

5.7.1.5 Импорт

Операция **Импорт** позволяет добавить в проект хроматограммы из архива, созданного операцией Экспорт.

- Выберите тип операции – **Импорт**.
- Нажмите **Добавить** и выберите файл архива.
- Нажмите на кнопку **Применить**.

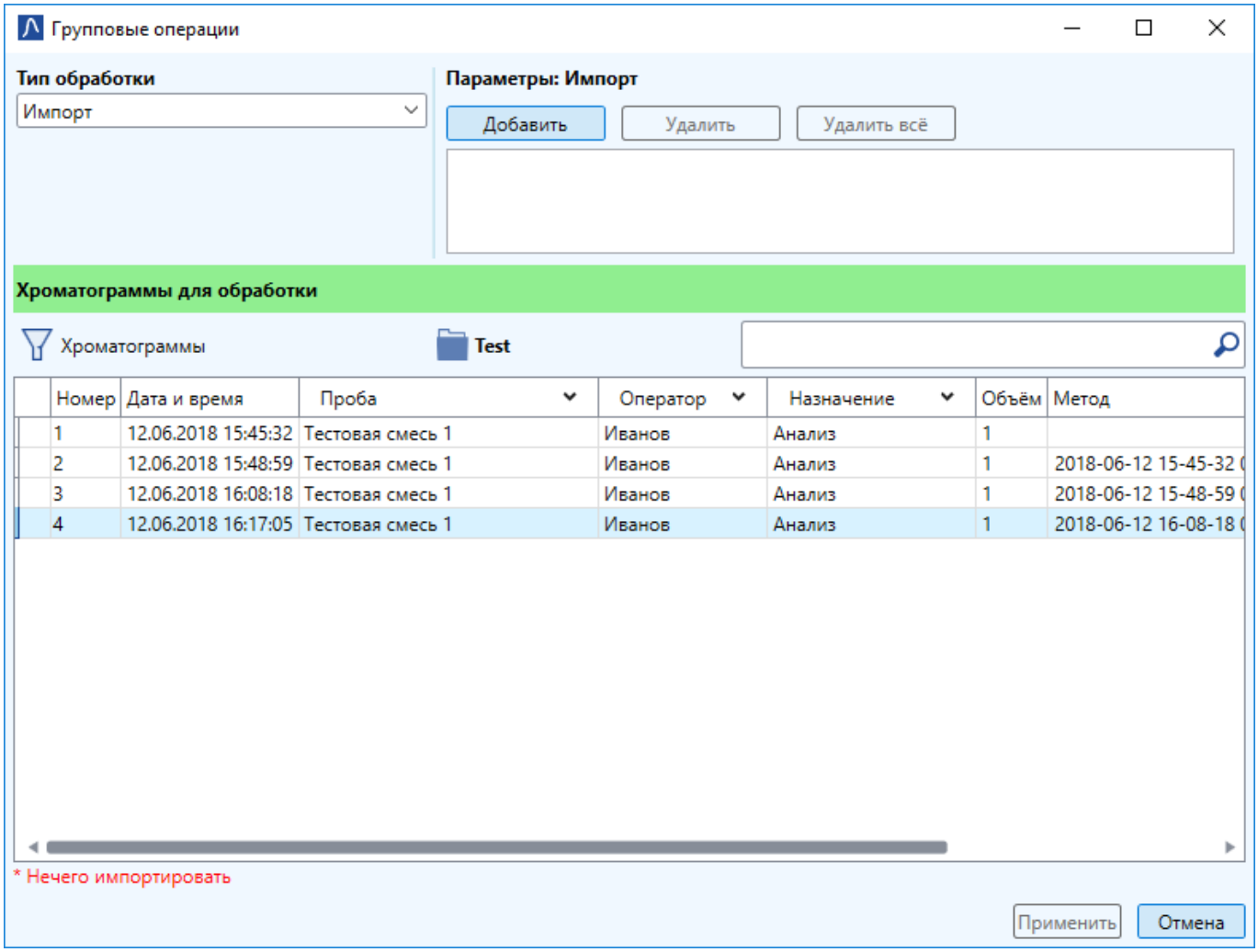


Рисунок 5.59 – Групповые операции. Импорт

5.7.1.6 Удалить

Операция позволяет удалить выбранные хроматограммы.

Если вы хотите, чтобы "Хроматэк Аналитик" контролировал действия оператора и факт удаления хроматограмм был зафиксирован, включите Аудит.

5.7.2 Обзор планов

Расширение предназначено для детальной оценки хроматограмм, полученных в результате выполнения плана анализов. Оно позволяет:

- Просмотреть настройки планов.
- Просмотреть журналы выполнения планов.
- Построить детальную таблицу результатов по хроматограммам, записанным в ходе выполнения планов.
- Выберите план.
- Выберите журнал выполнения плана.
- Когда вы нажмёте на кнопку **Применить**, будет создана детальная таблица результатов по хроматограммам, записанным при выполнении плана.

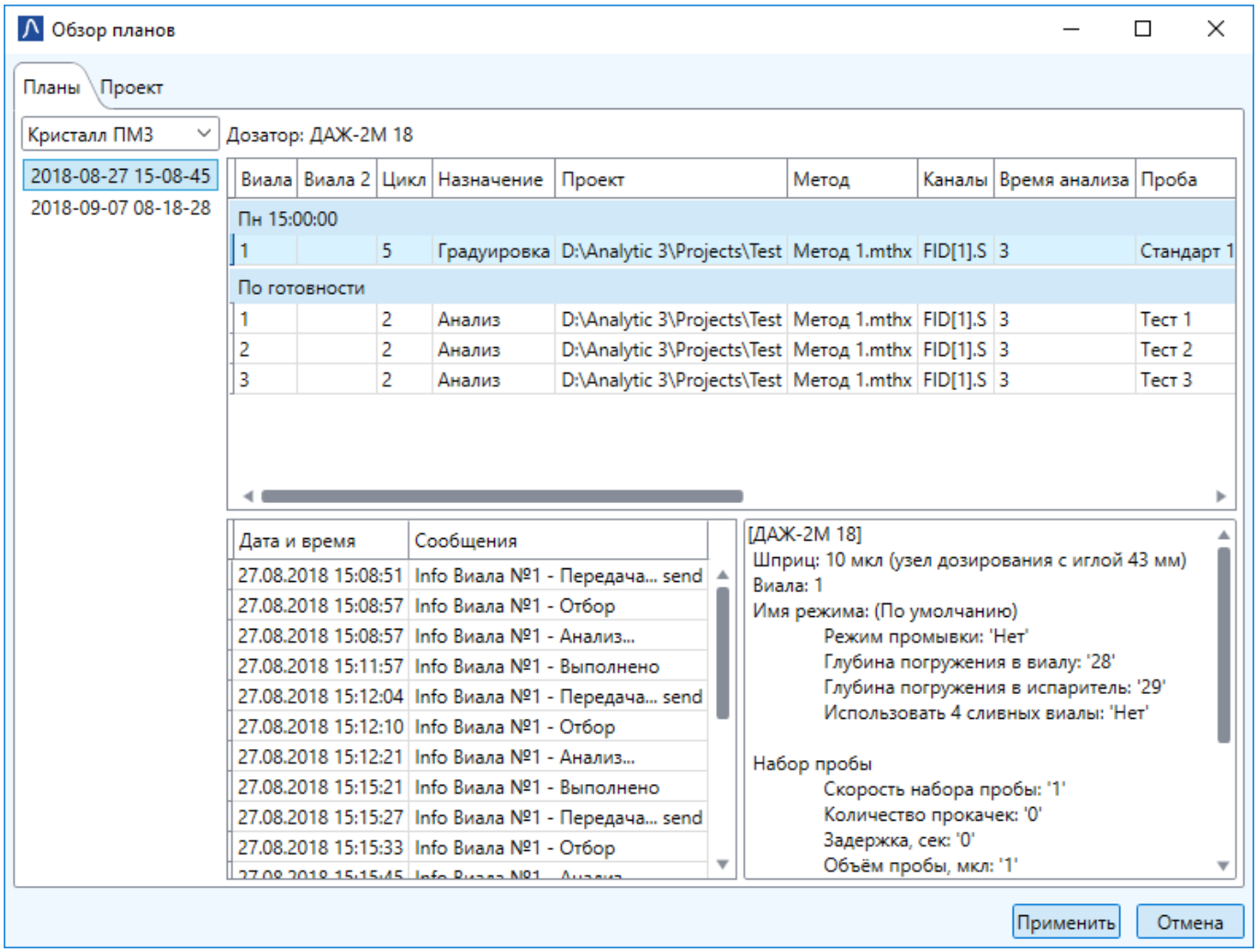


Рисунок 5.60 – Обзор планов. Выбор плана и журнала

Результаты сгруппированы по компонентам.

Выберите интересующий компонент и увидите, в каких хроматограммах он содержится. Над таблицей появятся изображения пиков, соответствующих выбранному компоненту в выбранных хроматограммах. При наличии МС-данных отображается спектр и пики подтверждающих ионов (если заданы).

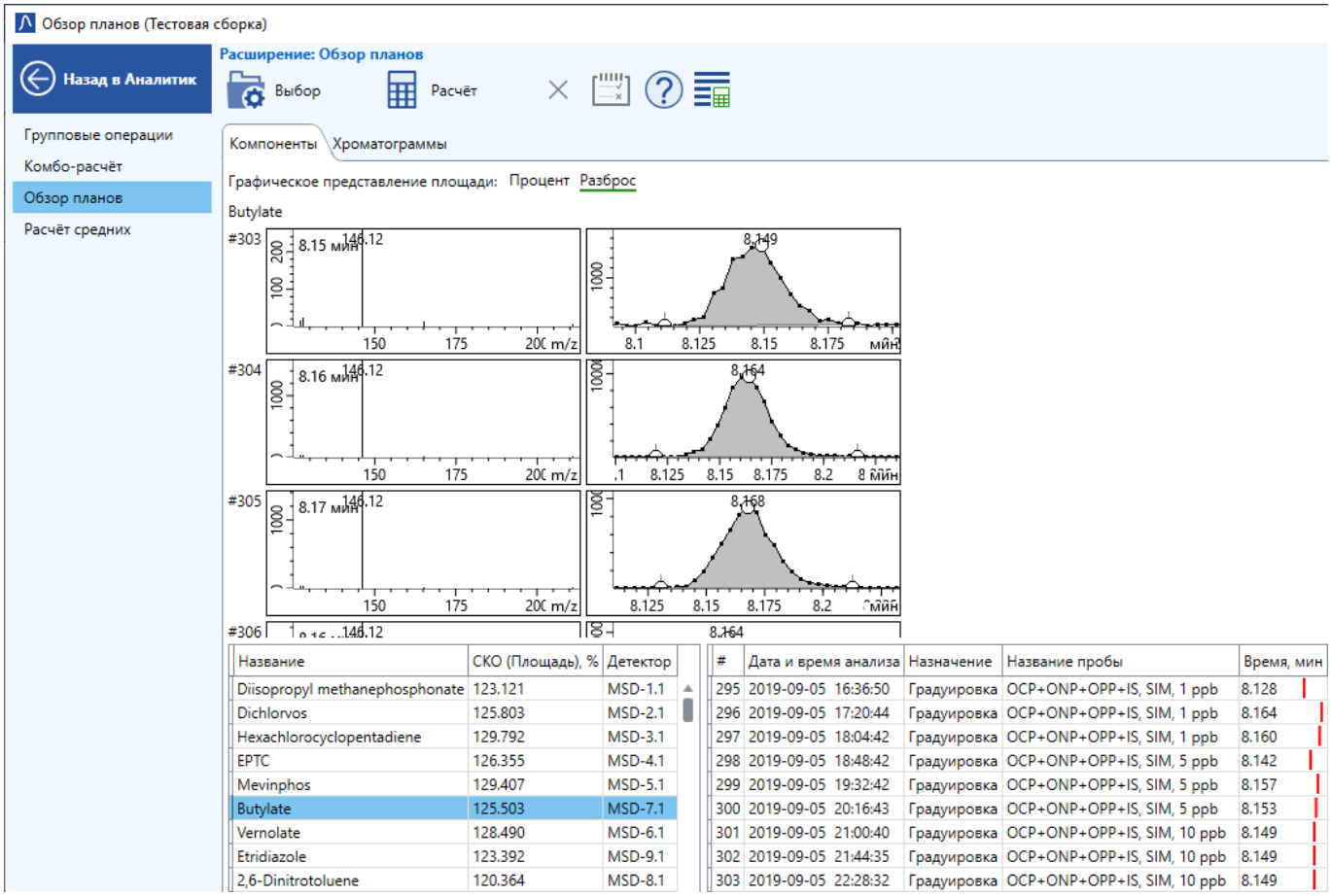


Рисунок 5.61 – Обзор планов. Результаты

Если щелкнуть мышью по какому-либо пику, он откроется в основном окне "Хроматэк Аналитик".

Вы можете построить такую таблицу не только по планам, но и произвольно выбрать любые хроматограммы в проекте. Для этого в окне настроек расширения перейдите на закладку **Проект** и выберите интересующие хроматограммы.

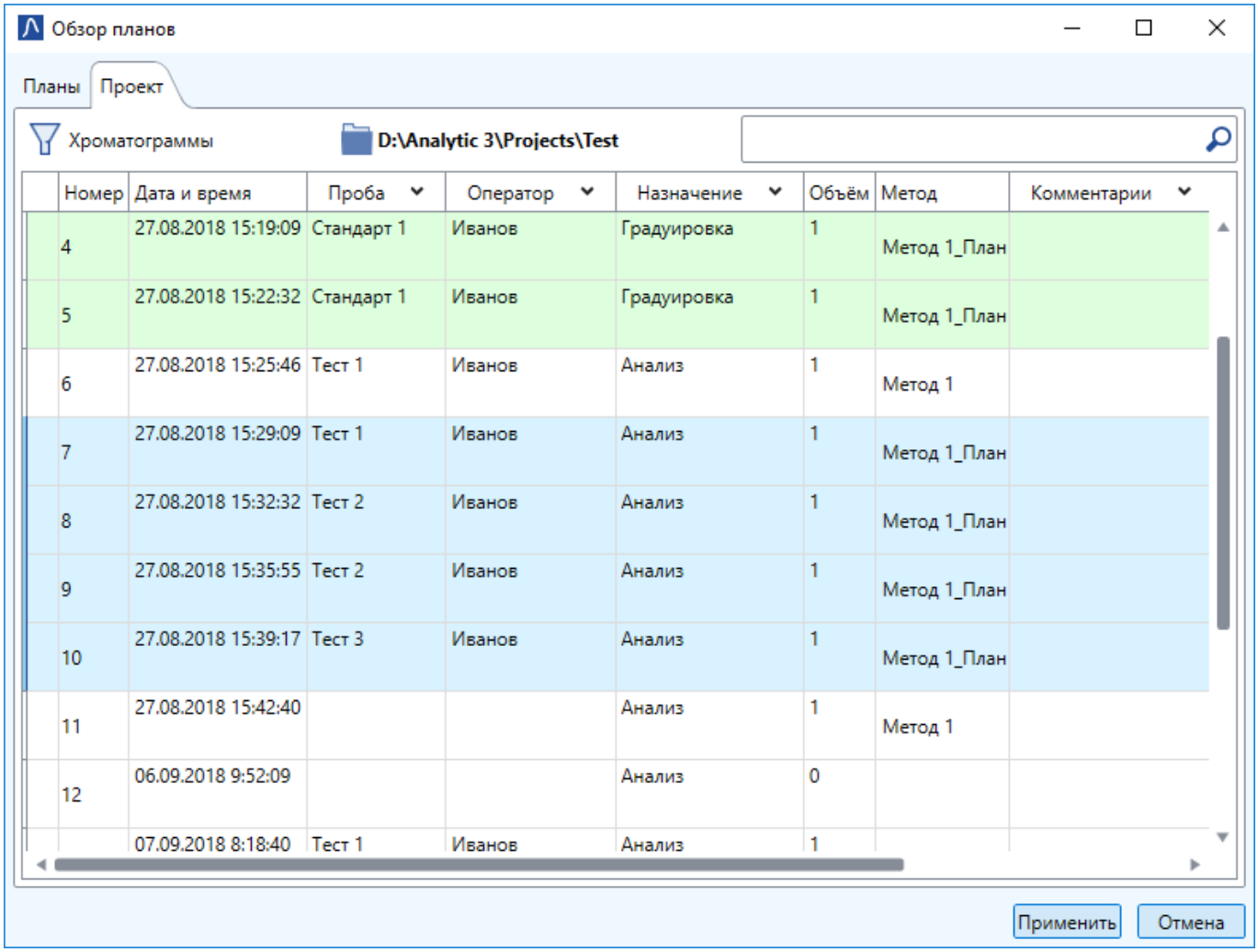


Рисунок 5.62 – Выбор проекта

5.7.3 МСД: Сигнал/Шум

Данное расширения используется для поверки масс-спектрометрического детектора и представляет собой тест чувствительности **МСД**.

Расширение по умолчанию скрыто и его следует подключить.

На боковой панели выберите закладку **МСД: Сигнал/Шум**.

Программа производит расчёт отношения, используя параметры, заданные по умолчанию.

Укажите тип анализа.

Для правильного расчёта необходимо задать длину колонки и тестовое вещество. В программе есть 6 предустановленных значений: для колонок длиной 15 м и 30 м и тестовых веществ: октафторнафталин, гексахлорбензол и бензофенон.

Тип анализа **Пользовательский** позволяет вводить произвольную массу и ориентировочное время удерживания для пика, по которому будет вычисляться соотношение сигнал/шум.

Нажмите **Расчёт**.

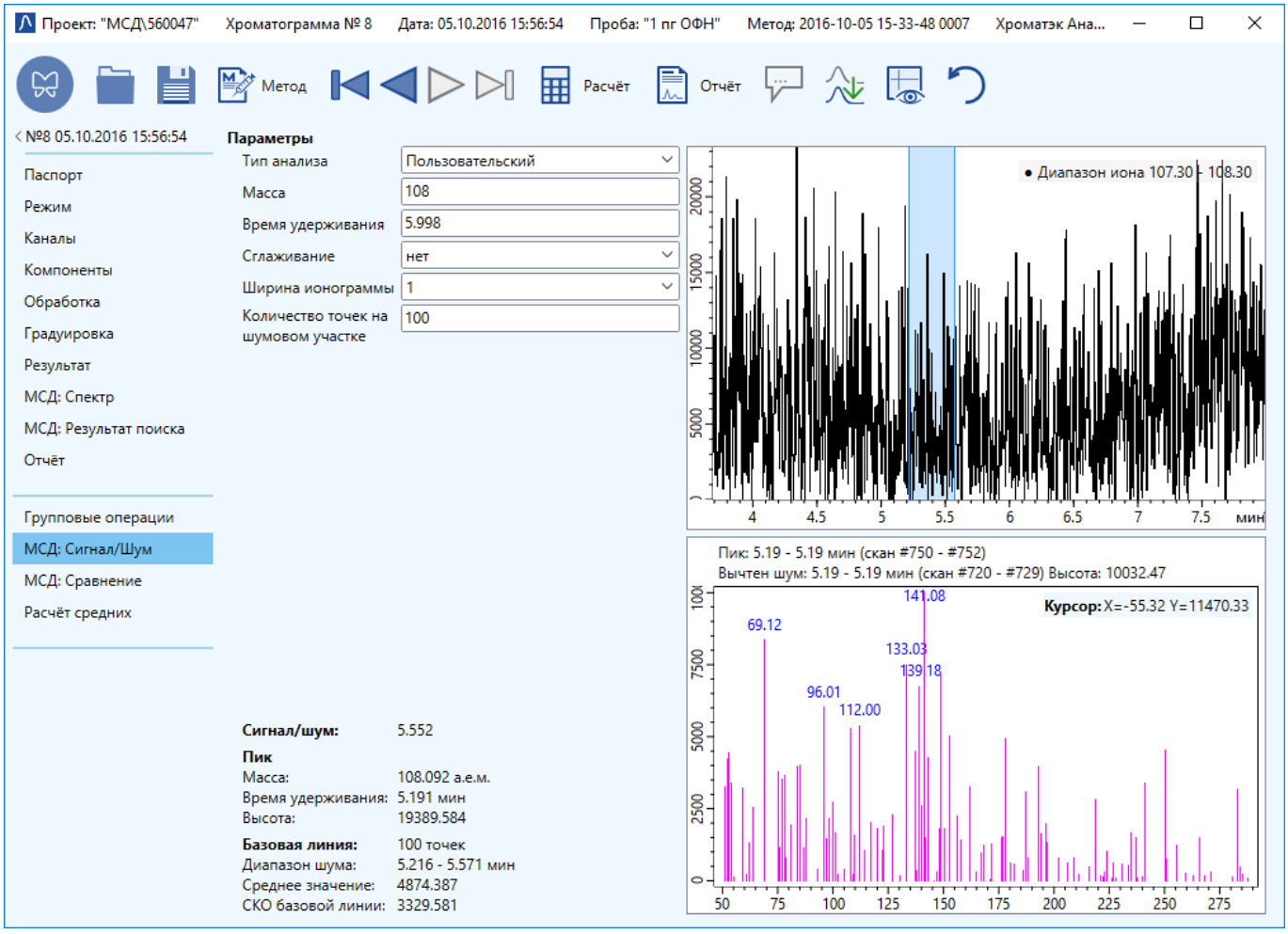


Рисунок 5.63 – МСД: Сигнал/Шум

Параметры определения отношения сигнал/шум:

Сглаживание. Позволяет выбрать степень сглаживания хроматограммы (по умолчанию нет сглаживания).

Количество точек на шумовом участке. Задает ширину шумового участка, выраженную в количестве сканов (по умолчанию – 100 сканов).

Ширина ионограммы. Ширина диапазона масс, по которому будет сформирована хроматограмма, а.е.м.

Хроматограмма с диапазоном масс заданной ширины, выбранная для определения соотношения сигнал/шум, отображается на верхнем графике. Хроматограмма ограничивается по времени диапазоном вокруг искомого пика: в обе стороны от пика по 1.5 минуты.

Вычисленные значения приводятся в нижней части окна:

Пик. Параметры пика. Определяются по хроматограмме и не зависят от параметров расчёта.

Базовая линия. Выводится значение базовой линии, границы и ширина участка шума, среднеквадратичное отклонение от базовой линии на участке шума.

Сигнал/Шум. Рассчитанное значение отношения Сигнал/Шум.

- Если необходимо создать отчёт по нескольким хроматограммам с вычислением СКО – нажмите на кнопку **Отчёт**.
- Задайте серийные номера хроматографа и МСД, задайте название колонки.
- Выберите хроматограммы.
- Нажмите на кнопку **Применить**.

Определение СКО по тестовому веществу проводится аналогично процедуре поверки хроматографа с любым другим детектором.

Предварительно необходимо в программе "Хроматэк Аналитик" создать хроматографический канал по характерной массе тестового вещества:

- для октафторнафталина – 272,
- для гексахлорбензола – 286.

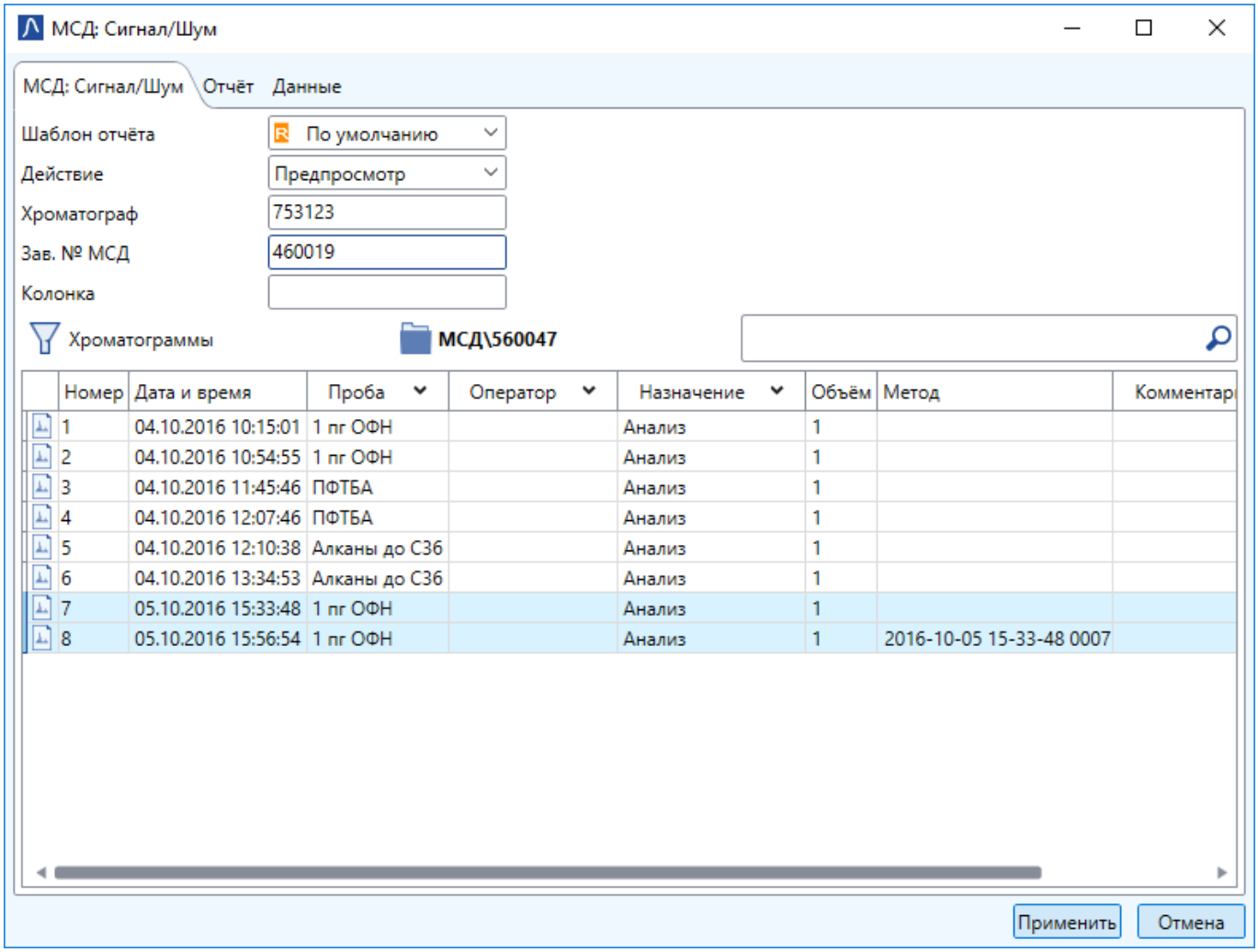


Рисунок 5.64 – МСД: Сигнал/Шум

5.7.4 МСД: Сравнение каналов

Расширение предназначено для визуального сравнения каналов, построенных по масс-спектрометрическим данным **разных анализов**.

Расширение по умолчанию скрыто и его следует подключить.

На боковой панели выберите закладку **МСД: Сравнение каналов**.

- Выберите **проект**.
- Выберите интересующие хроматограммы.
- Перейдите на закладку **Настройки**.
- Добавьте фильтры.
- Задайте диапазоны масс или отдельные массы.

Настройка фильтров выполняется точно так же, как и при создании каналов в текущей хроматограмме.

- Нажмите кнопку **Применить**.

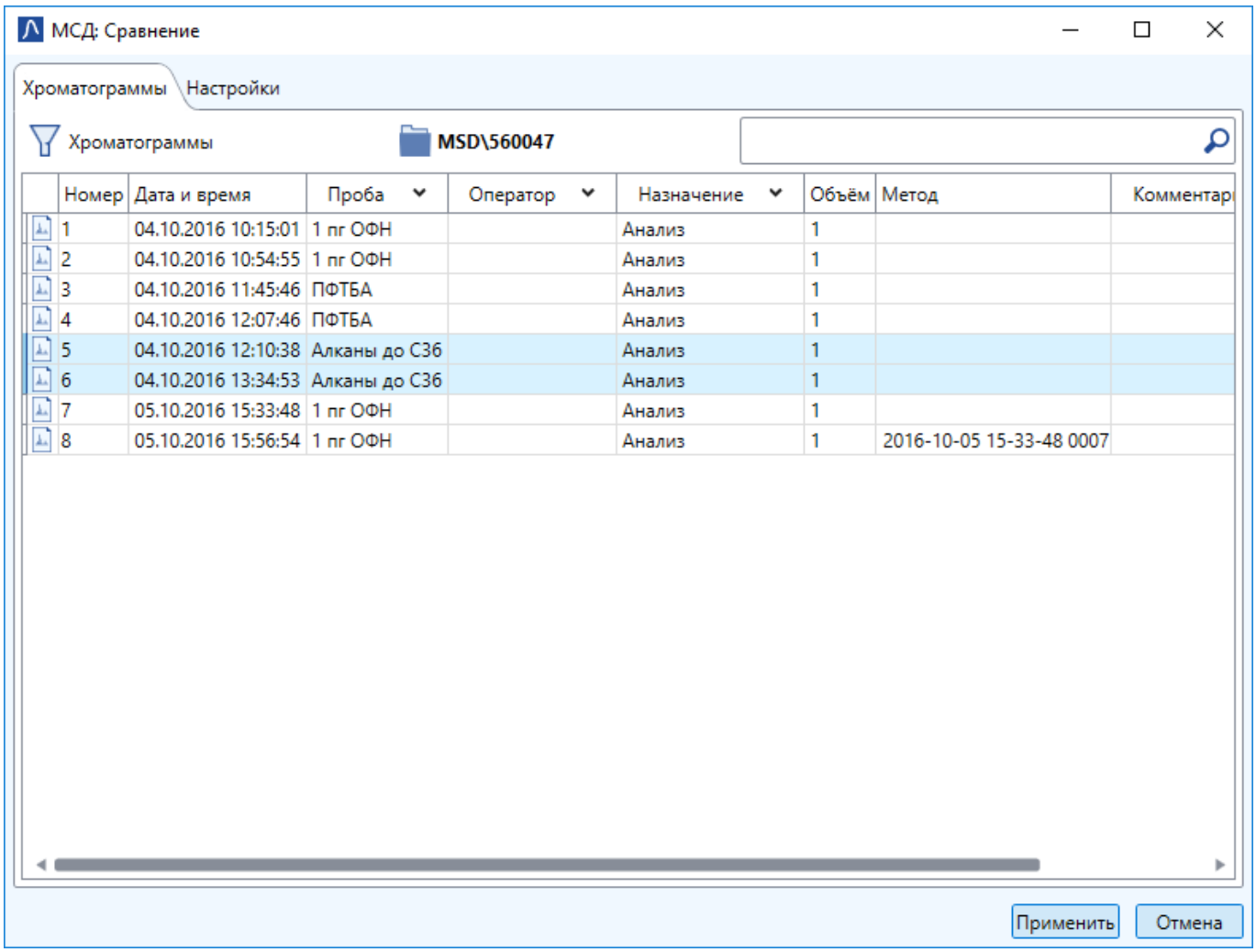


Рисунок 5.65 – МСД: Сравнение каналов

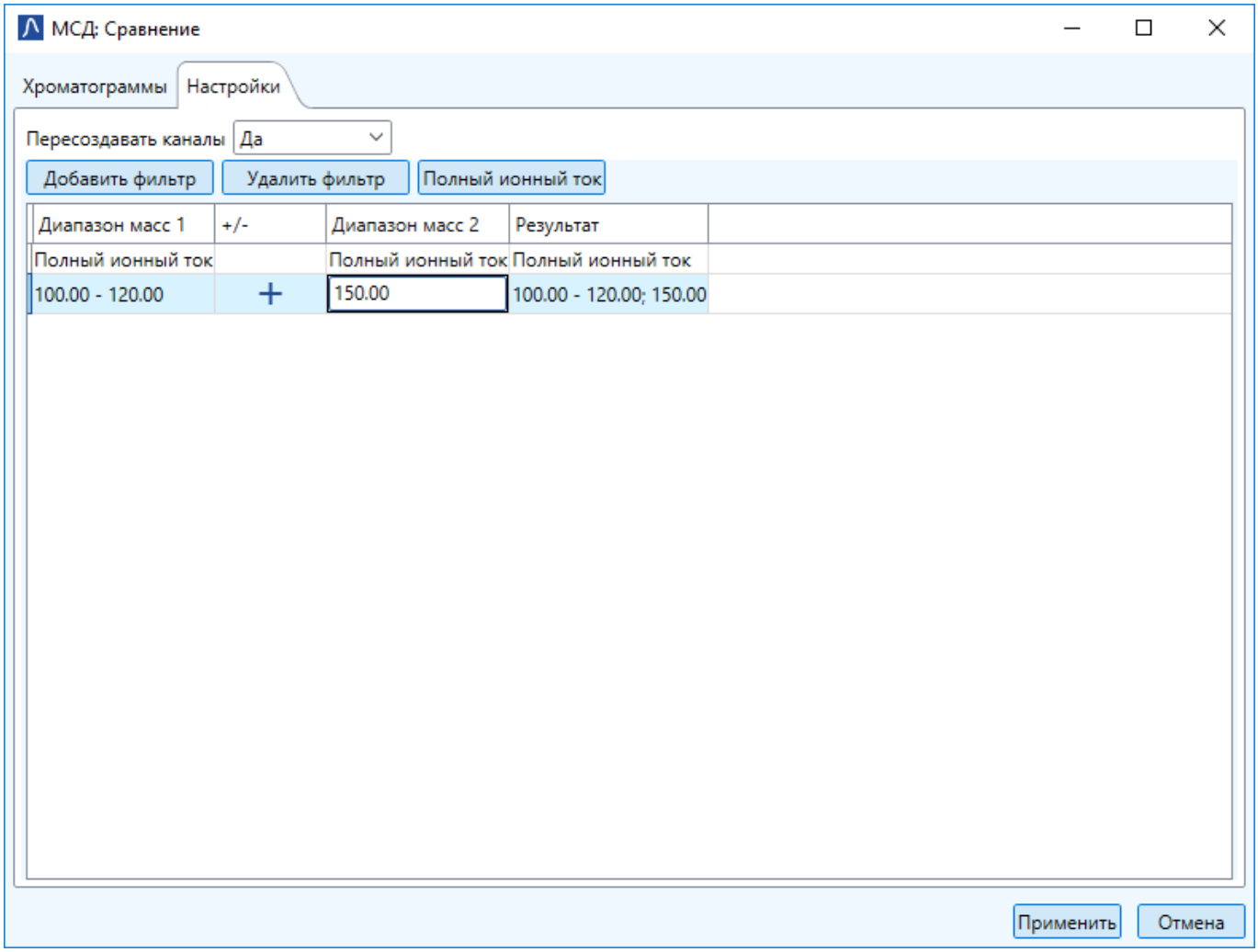


Рисунок 5.66 – МСД: Сравнение каналов. Настройки фильтров

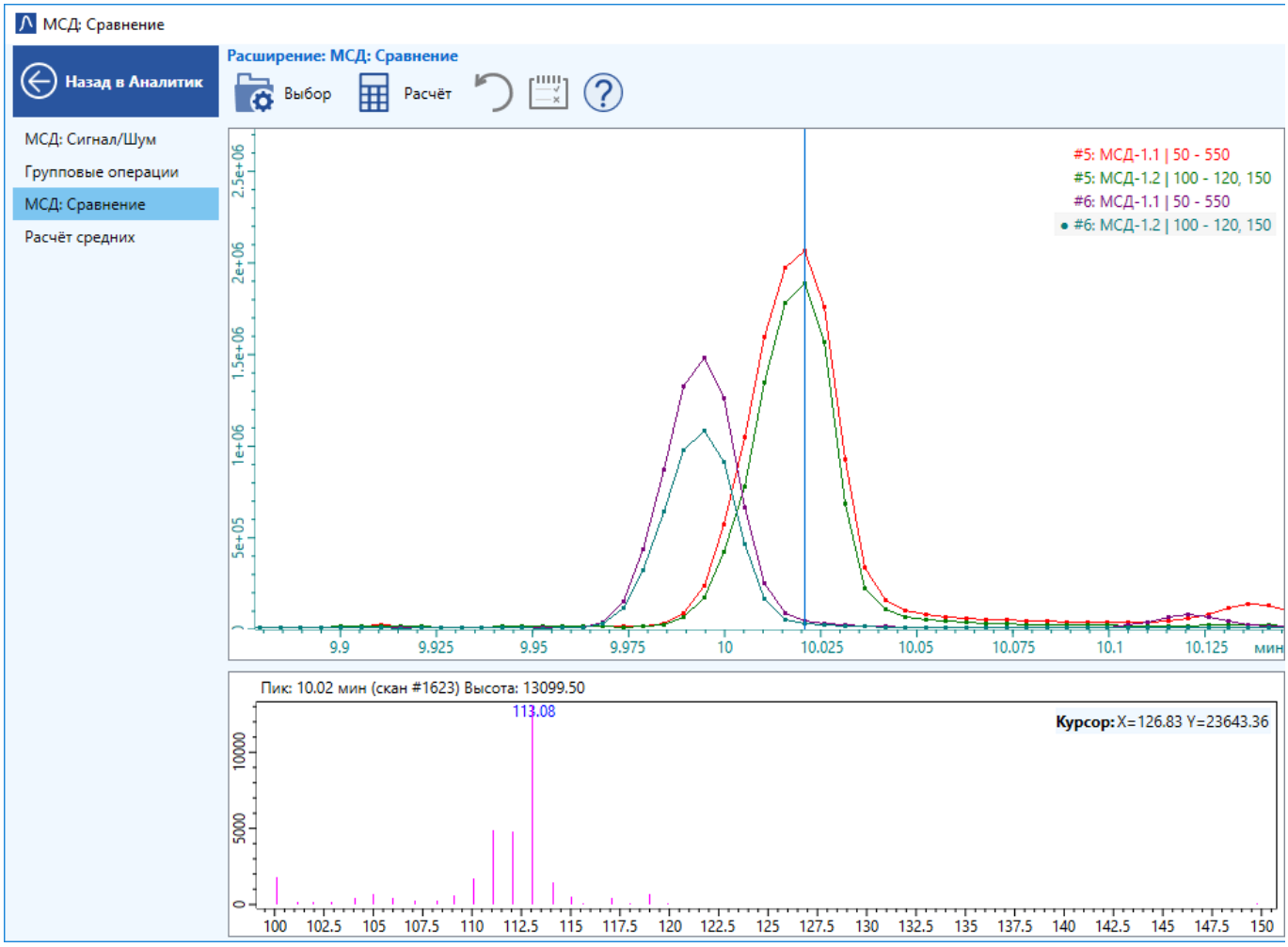


Рисунок 5.67 – МСД: Сравнение каналов. Результат

Номер в названии канала соответствует номеру хроматограммы, по масс-данным которой создан канал.

5.7.5 Фиксация времени удерживания

В процессе старения хроматографической колонки может потребоваться её замена. При этом иногда бывает важно обеспечить неизменность времен удерживания компонентов, заданных в настройках метода. Однако две колонки никогда не повторяют друг друга абсолютно идеально.

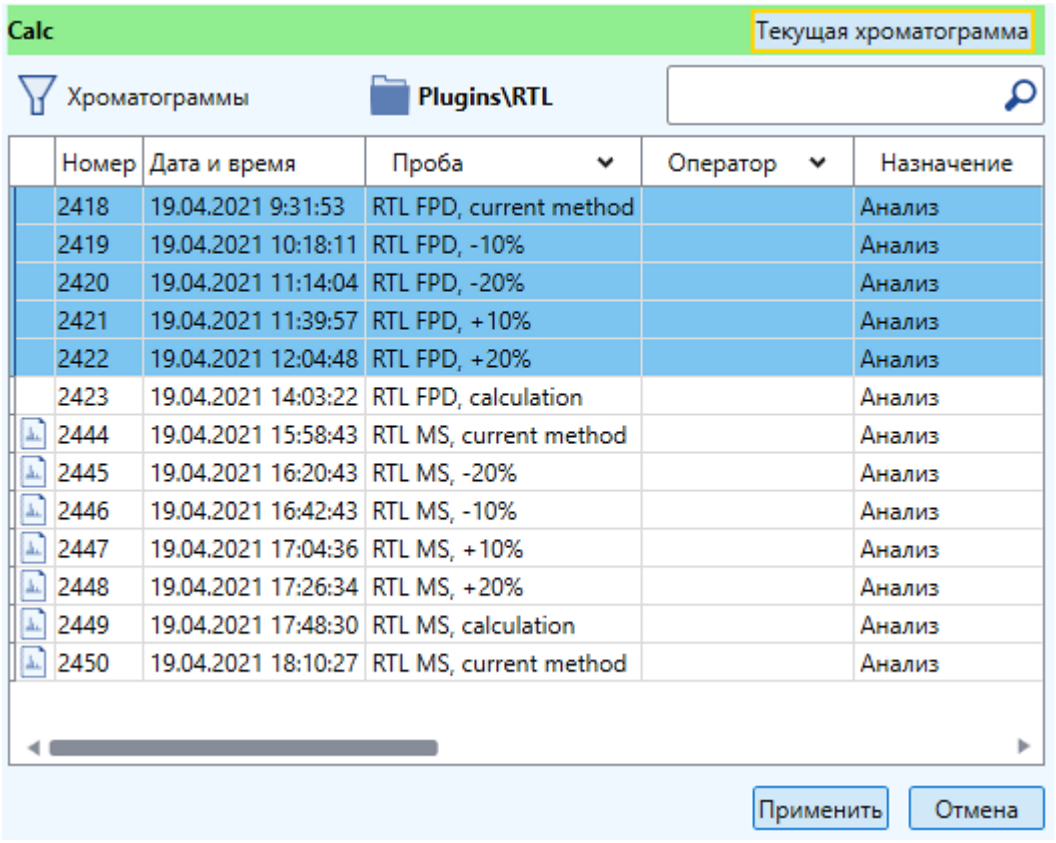
Для того, чтобы сохранить времена удерживания в неизменности нужно скорректировать (подобрать) давление в колонке таким образом, чтобы времена удерживания компонентов не изменились.

Для выполнения процедуры фиксации времён удерживания вы должны записать 5 хроматограмм со следующими условиями:

- Базовое давление в колонке, установленное по рабочей методике.
- Давление больше базового на 10%.
- Давление больше базового на 20%.
- Давление меньше базового на 10%.
- Давление меньше базового на 20%.

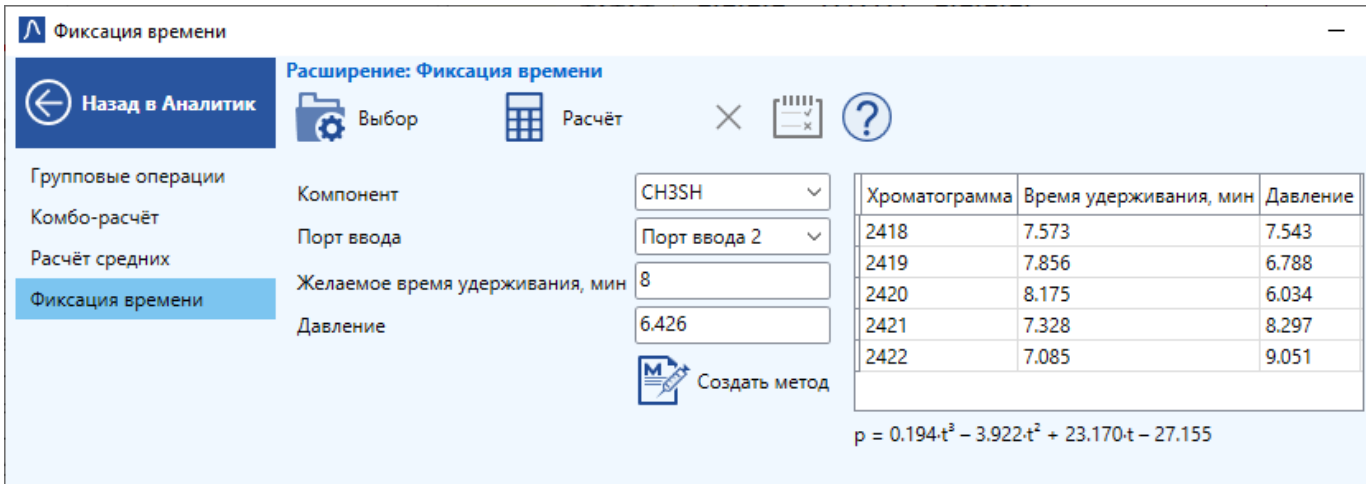
Дальнейшая работа выполняется в расширении **Фиксация времени**. Расширение по умолчанию скрыто и его следует подключить.

- Выберите хроматограммы.
- Нажмите **Применить**.
- Выберите компонент, для которого следует зафиксировать время удерживания.
- Выберите порт ввода, в котором следует скорректировать давление.
- Введите желаемое время удерживания компонента. При этом программа вычислит необходимое давление на входе в колонку.
- Нажмите **Создать метод** для сохранения нового инструментального метода.



Номер	Дата и время	Проба	Оператор	Назначение
2418	19.04.2021 9:31:53	RTL FPD, current method		Анализ
2419	19.04.2021 10:18:11	RTL FPD, -10%		Анализ
2420	19.04.2021 11:14:04	RTL FPD, -20%		Анализ
2421	19.04.2021 11:39:57	RTL FPD, +10%		Анализ
2422	19.04.2021 12:04:48	RTL FPD, +20%		Анализ
2423	19.04.2021 14:03:22	RTL FPD, calculation		Анализ
2444	19.04.2021 15:58:43	RTL MS, current method		Анализ
2445	19.04.2021 16:20:43	RTL MS, -20%		Анализ
2446	19.04.2021 16:42:43	RTL MS, -10%		Анализ
2447	19.04.2021 17:04:36	RTL MS, +10%		Анализ
2448	19.04.2021 17:26:34	RTL MS, +20%		Анализ
2449	19.04.2021 17:48:30	RTL MS, calculation		Анализ
2450	19.04.2021 18:10:27	RTL MS, current method		Анализ

Рисунок 5.68 – Выбор хроматограмм для фиксации времени



Хроматограмма	Время удерживания, мин	Давление
2418	7.573	7.543
2419	7.856	6.788
2420	8.175	6.034
2421	7.328	8.297
2422	7.085	9.051

Рисунок 5.69 – Расчёт давления

5.8 Конвертер хроматограмм

Если необходимо импортировать хроматограммы из проектов "Хроматэк Аналитик 2.x" или стороннего хроматографического ПО, приложение "Конвертер хроматограмм".

 Для запуска приложения нажмите кнопку **Конвертер хроматограмм** на рабочем столе "Хроматэк Навигатор".

Конвертер хроматограмм поддерживает следующие форматы хроматограмм:

- проекты "Хроматэк Аналитик 2.6";
- формат "Хроматэк Аналитик 3.x" (файлы *.CHRX);
- формат XML (файлы *.ANX);
- формат XML.GZIP (файлы *.ANZ);
- формат NetCDF.

Хроматограмму, записанную в одном из вышеперечисленных форматов, можно преобразовать в любой другой, без потери информации (кроме формата NetCDF).

При преобразовании хроматограммы в формат NetCDF, выходной файл будет содержать:

- график хроматограммы (т.е. исходные данные);
- таблицу компонентов с полями: время удерживания, название, индекс.

Прочая информация (поля паспорта, параметры обработки, специфические поля таблицы компонентов) будет потеряна.

Конвертер представляет собой окно с двумя панелями, на каждой из которых можно открыть проект "Хроматэк Аналитик" версий 2.x и 3.x, а также выбрать любую папку на имеющихся в компьютере дисках.

Процесс конвертирования представляет собой перетаскивание выделенных хроматограмм из одного проект (или папки) в другой.

- Нажмите на заголовок панели и выберите проект или папку, **из которой** хотите конвертировать хроматограммы.

Конвертировать хроматограммы можно как с левой панели на правую, так и с правой на левую.

- Нажмите на заголовок другой панели и выберите проект или папку, **в которую** хотите конвертировать хроматограммы.
- Выделите хроматограммы.
- Нажмите на кнопку **Конвертировать**.
- В появившемся диалоге выберите формат файла, к который хотите преобразовать выбранные хроматограммы.
- Нажмите **ОК**.

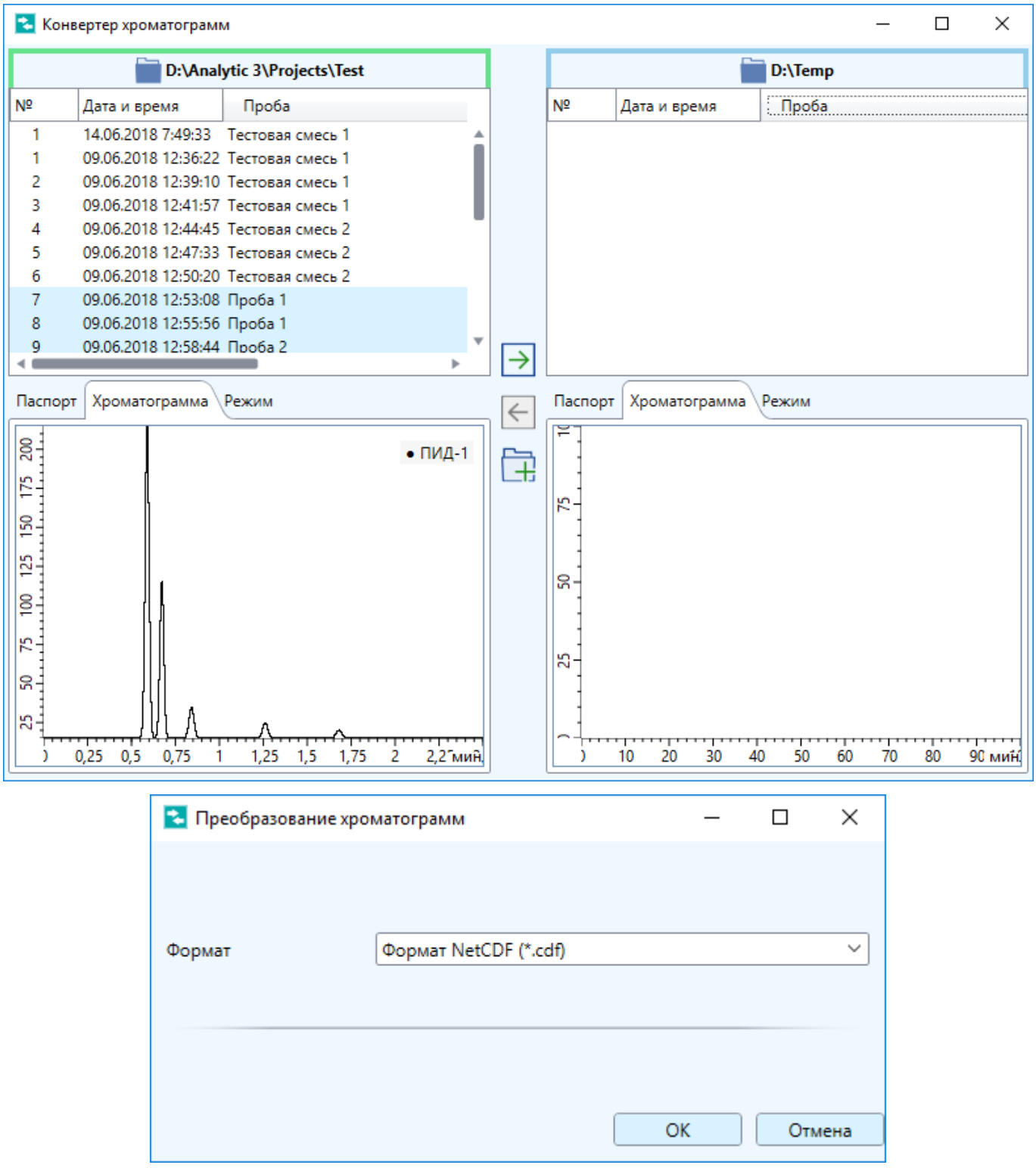


Рисунок 5.70 – Конвертер хроматограмм

6 СЕРВИС И АДМИНИСТРИРОВАНИЕ

Настройки и операции, описанные в этом разделе, предназначены для сервис-инженеров и опытных пользователей.

6.1 Учётные записи пользователей

Если с вашими хроматографами на одном компьютере работают несколько операторов, вы можете создать для них учётные записи с различными полномочиями.

Если вы используете архитектуру "Клиент-Сервер" и ваша база данных располагается на сервере, то и в этом случае вы сможете настроить доступ к данным с учётом прав пользователя с различных компьютеров в сети, но для такой работы учётные записи следует настроить на каждом компьютере. Централизованно они не хранятся.

Сделать это можно на этапе подготовки к работе или позже.

Когда учётные записи уже существуют, при запуске программы "Хроматэк Навигатор" (а также "Хроматэк Аналитик" или "Панели управления") появляется диалог:

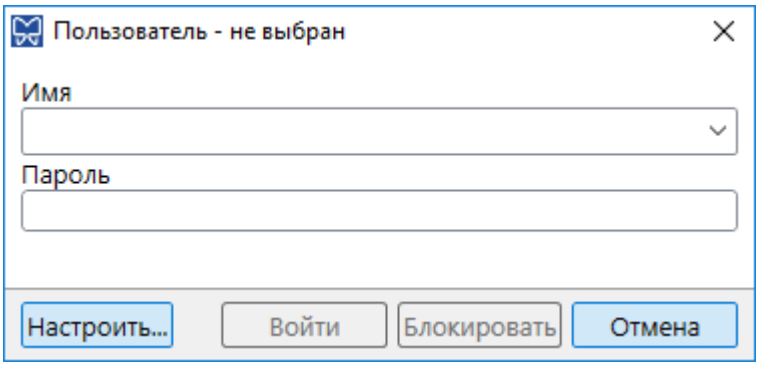


Рисунок 6.1 – Выбор учётной записи

Выберите пользователя из выпадающего списка, введите пароль и нажмите **Войти**.

6.1.1 Настройка учётных записей

Для настройки учётных записей потребуются права администратора компьютера.

В программе в "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Пользователь**. В появившемся диалоге выбора нажмите **Настроить**.

Нажмите – **Добавить**

- Введите имя пользователя.

- Укажите полномочия пользователя.

Первым следует создавать администратора – опытного пользователя, который обладает всеми правами при работе с программой.

Администратор должен обладать правом управления учётными записями.

Администраторов в системе может быть несколько.

Нажмите – **Задать пароль**. Введите пароль. Нажмите – **ОК**.

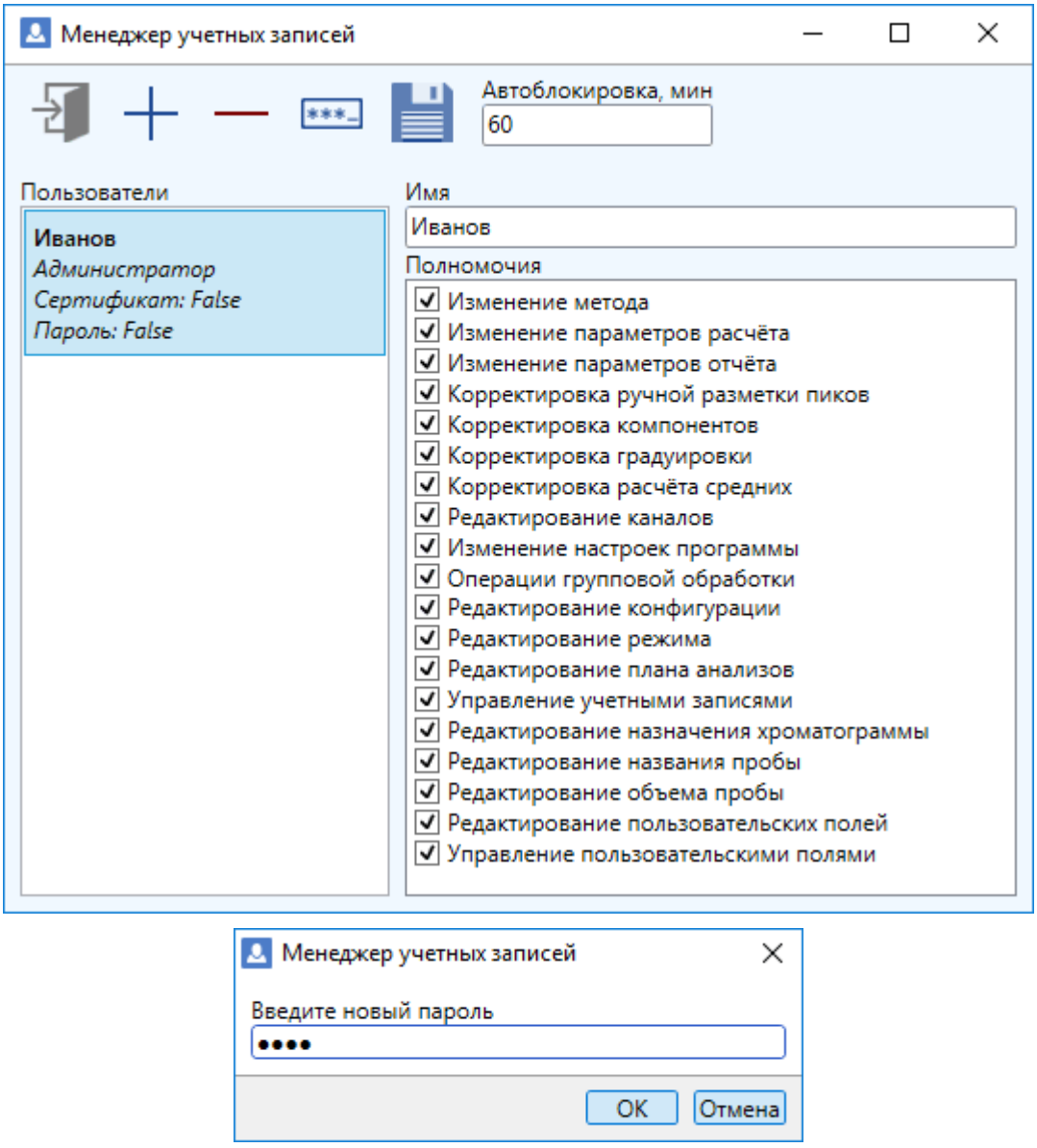


Рисунок 6.2 – Настройка учётных записей. Создание записи администратора

Аналогично добавьте других пользователей. Для пользователей с ограничением прав пароли можно не задавать.

Привилегии, отмеченные галочками по умолчанию, рекомендуются для лаборантов, которые проводят анализы, но не имеют права менять настройки методов. При необходимости администратор может увеличить или уменьшить количество привилегий лаборанта.

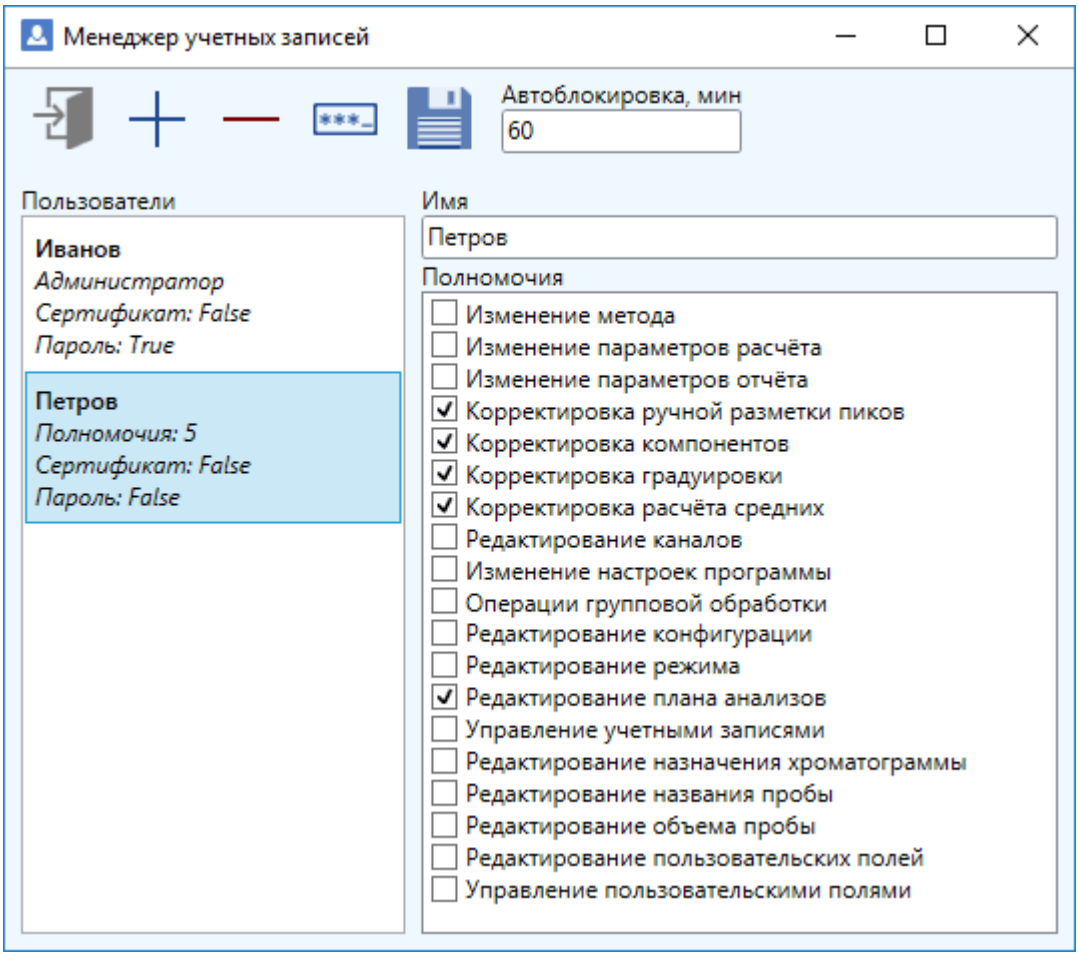


Рисунок 6.3 – Настройка учётных записей. Добавление пользователей с ограниченными полномочиями

Если вам необходимо подписывать хроматограммы цифровой подписью, создайте **сертификат**:

- Щелкните **правой кнопкой мыши** на выбранной учётной записи и в появившемся контекстном меню выберите – **Создать сертификат**. В описании учётной записи появляется отметка – **Сертификат: True**.
- Снова щелкните правой кнопкой мыши и в контекстном меню выберите пункт – **Доверять сертификату**.
- Чтобы просмотреть сертификат, в контекстном меню выберите – **Показать сертификат**.

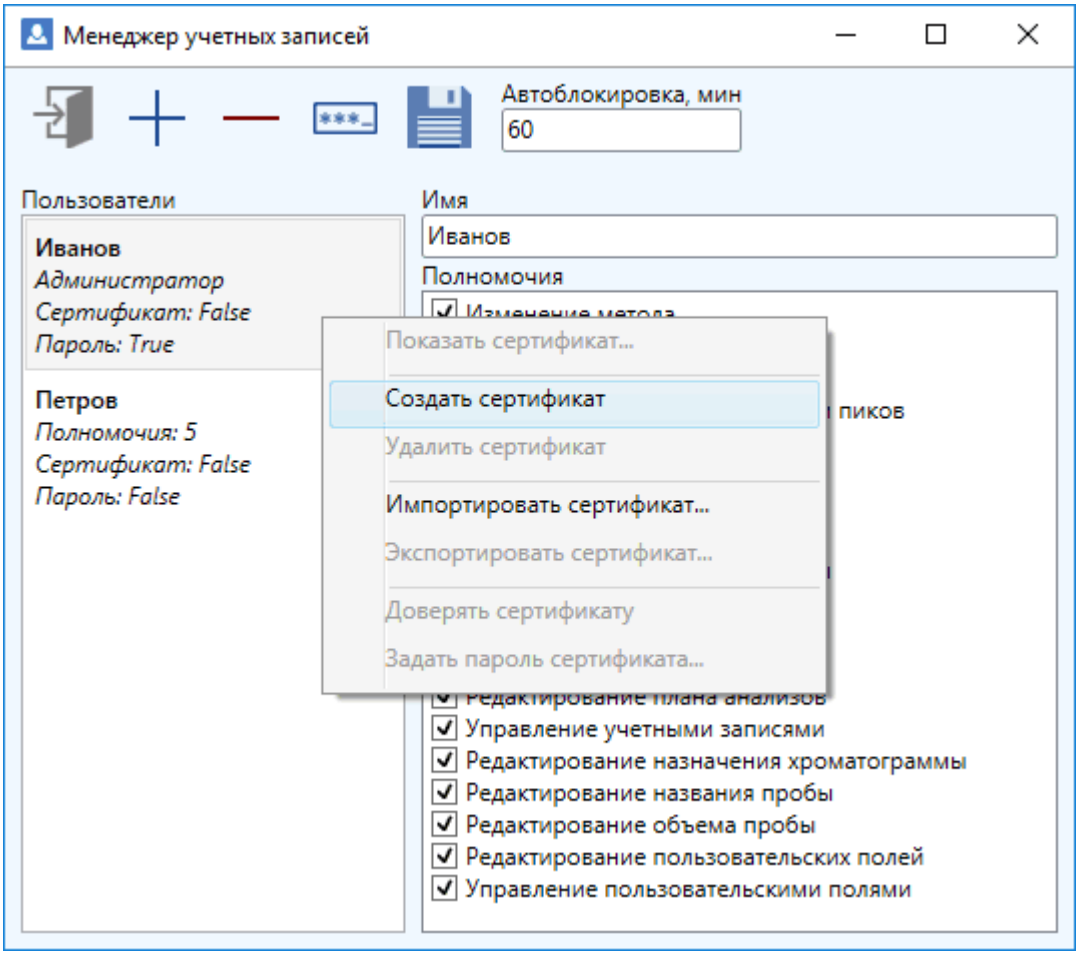


Рисунок 6.4 – Настройка учётных записей. Создание сертификата

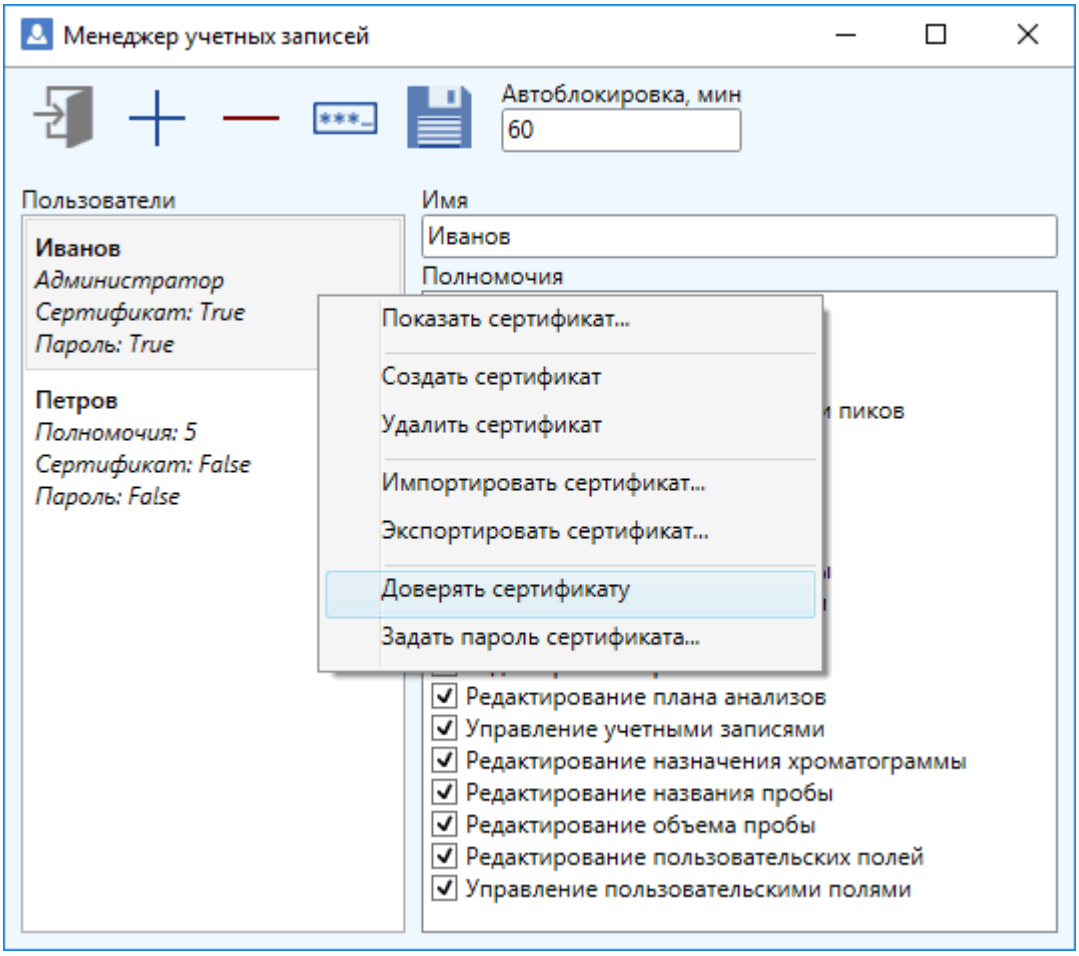


Рисунок 6.5 – Настройка учётных записей. Создание сертификата

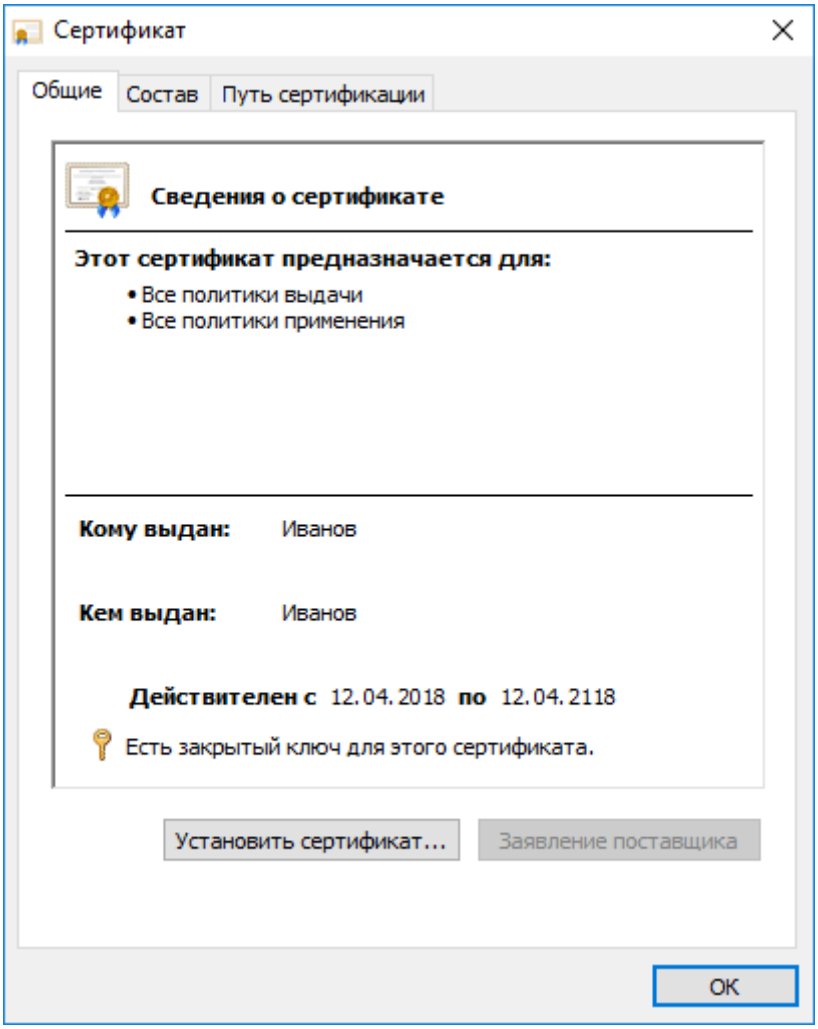


Рисунок 6.6 – Настройка учётных записей. Создание сертификата

- Укажите **Автоблокировку**, время бездействия, после которого система будет автоматически заблокирована (пользователю заново придется выбрать учётную запись).

После добавления всех пользователей нажмите **Сохранить**.

- На экране появится сообщение о том, что пользователь не выбран. Нажмите – **ОК**.
- Сохранять настройки учётных записей может только администратор. Выберите пользователя в ранге "администратор", задайте пароль.
- Нажмите **Войти**.

Учётные записи созданы, закройте **менеджер настройки**.

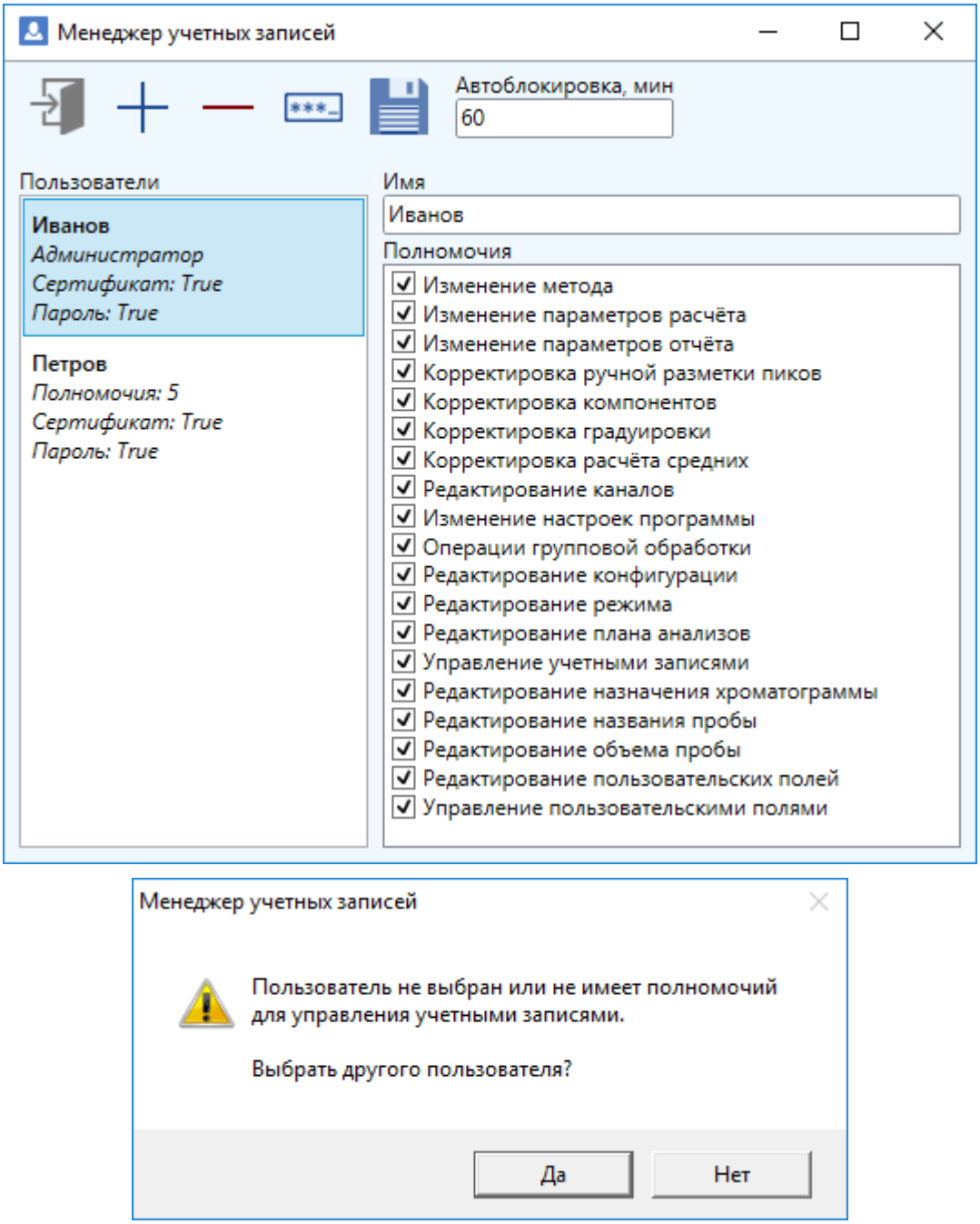


Рисунок 6.7 – Настройка учётных записей. Сохранение настроек

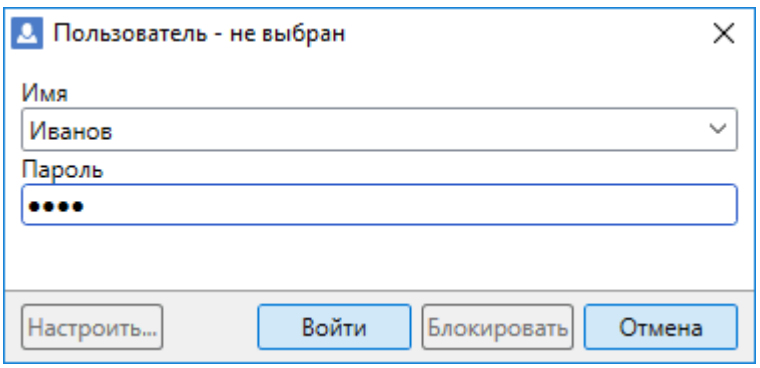


Рисунок 6.8 – Выбор администратора

6.1.2 Сброс учётных записей

Пароли от учётных записей должен хранить у себя администратор (пользователь, имеющий неограниченные привилегии при работе с "Хроматэк Аналитик"). В случае, если администратор пароли забыл, учётные записи придется удалить и создать заново.

Для удаления учётных записей требуются права администратора компьютера.



Нажмите на кнопку **Поиск в Windows**.

- Введите в строке поиска текст – **regedit**.
- Нажмите на появившуюся кнопку **regedit**.

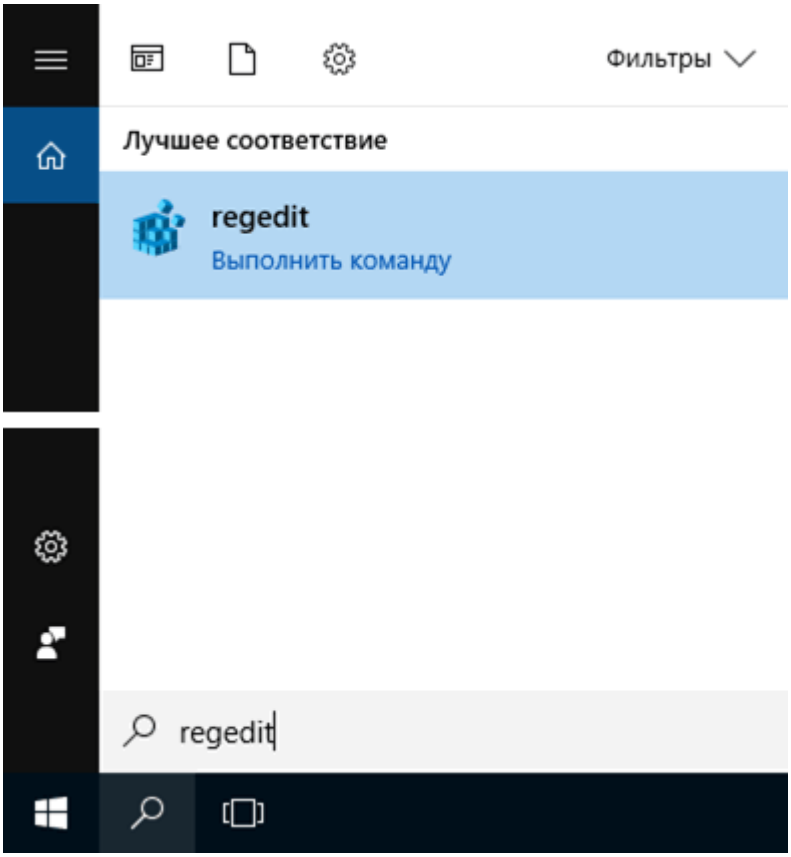


Рисунок 6.9 – Запуск редактора реестра

- В окне редактора реестра разверните ветку **HKEY_LOCAL_MACHINE**.
- Разверните ветку **SOFTWARE**.
- Разверните ветку **WOW6432Node** (при наличии).
- Разверните ветку **Chromatec**.
- Щелкните правой кнопкой мыши на элементе **Accounts**.
- В появившемся меню выберите – **Удалить**.

Учётные записи будут удалены. Теперь их нужно создать заново.

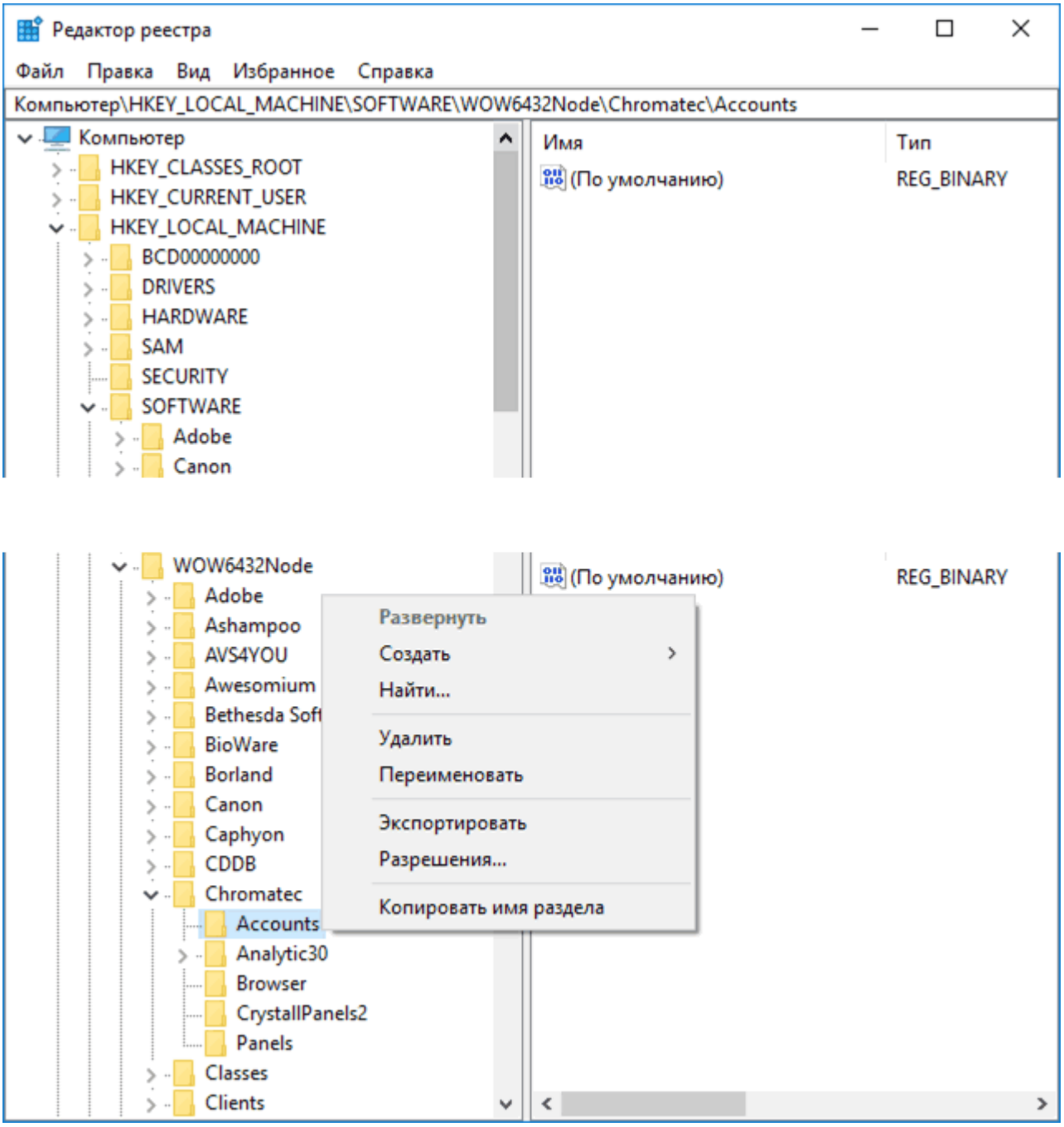


Рисунок 6.10 – Удаление учётных записей

6.2 Аудит (GLP)

Для автоматического протоколирования всех событий прибора и планов анализов, действий оператора по обработке хроматограммы, в соответствии с принципами **GLP/GMP** может быть активирована функция **аудита**.

Кратко о GLP/GMP:

Good Laboratory Practice (Good Manufactory Practice), GLP/GMP – **Правила надлежащей лабораторной (производственной) практики**, формально определяются как система качества, касающаяся организационного процесса и условий, в которых функционирует лаборатория.

Система GLP/GMP действует уже более 30 лет. Первоначально она, была разработана и введена в действие американским Управлением пищевой и медицинской промышленности (FDA) применительно к производствам, использующим токсичные вещества, с целью устранить имевшиеся несоответствия в нормативной документации. Нормы GLP/GMP стали обязательными для всех компаний в США, а впоследствии – и в странах, экспортирующих в США свою продукцию. Затем усилиями Организации экономического сотрудничества и развития (OECD/ОЭСР) эти нормы стали распространяться в международном масштабе. В частности, в Германии требования GLP/GMP являются обязательными при разработке любых новых видов химической продукции.

Главная задача GLP/GMP – обеспечить возможность полного прослеживания и восстановления всего хода исследования. Контроль качества призваны осуществлять специальные органы, периодически инспектирующие лаборатории на предмет соблюдения нормативов GLP/GMP.

GLP/GMP устанавливает очень строгие требования к ведению и хранению документации – значительно более жесткие, чем европейские стандарты серии EN 45000. Сферы применения норм GLP/GMP устанавливаются законодательно. В первую очередь это относится к разработке новых химических веществ, получению и использованию токсичных веществ и к здравоохранению.

В Российской Федерации принципы надлежащей лабораторной практики регулируются межгосударственным стандартом ГОСТ 33044-2014.

В фармакологии GLP регулируется положениями раздела 21 главы 11 Свода федеральных законоположений (CFR) Управления по санитарному надзору за качеством пищевых продуктов и медикаментов США (европейский аналог – глава 4, приложения 11 Нормативно-правовой базы обращения лекарственных средств в рамках Законодательства Европейского Союза).

Программное обеспечение "Хроматэк Аналитик" соответствует требованиям раздела 21 CFR часть 11.



Для просмотра журналов аудита нажмите на кнопку **Аудит** на рабочем столе "Хроматэк Навигатор".

6.2.1 Простой аудит

ПО "Хроматэк Аналитик" позволяет проводить два вида аудита: **простой** и **детальный**.

Простой аудит не требует активации, он выполняется всегда. Заключается он в том, что ПО следит за изменением соединений и методов и выдает пользователю информацию:

- Дата создания файла.
- Дата последнего изменения файла.
- Был ли удален файл.



Если файл соединения или метода был удален или изменен, текст кнопки **Аудит** на рабочем столе "Хроматэк Навигатор" будет выделен красным. Данная проверка выполняется автоматически при запуске "Хроматэк Навигатор".

6.2.2 Активация детального аудита

Детальный аудит предоставляет пользователю гораздо больше данных, чем простой. Для его проведения на компьютере создается защищенная папка, в которой будут сохраняться журналы аудита.

Внимание!

Папка журналов закрыта от доступа с помощью стороннего программного обеспечения. После создания этой папки вы **больше не сможете удалять или изменять её содержимое, а также саму папку**.

Одна из функций аудита – создание ревизий хроматограмм. При любом изменении и сохранении файл хроматограммы не перезаписывается, а создается его копия. Все копии хроматограмм хранятся в папке журналов аудита. Таким образом, размер папки журналов при активации опции сохранения ревизий может в несколько раз превышать размер папки проектов. Поэтому, при выборе папки журналов будьте внимательны и расположите её на диске достаточного размера.

Помните, удалить ревизии хроматограмм нельзя!

Для управления настройками аудита необходимо создать учётную запись администратора компьютера (в настройках Windows). Желательно, чтобы оператор хроматографа не имел прав администратора компьютера. Использование аудита на компьютере без учётной записи администратора не имеет смысла, поскольку любой пользователь может включать и выключать аудит.

Перед включением аудита создайте учётные записи и войдите под учётной записью администратора.

- Для активации детального аудита в программе "Хроматэк Навигатор" нажмите на кнопку **Администрирование**.
- Раскройте группу параметров Аудит (GLP) и учётные записи пользователей.
- Укажите расположение папки журналов. Может находиться на удалённом компьютере.
- Нажмите **Создать**.

Для хранения журналов вы можете выбрать существующую папку или создать новую. По умолчанию предлагается папка – **C:\Analytic 3 Audit**.

На удалённом компьютере подобным способом папку журналов создать нельзя, только подключить существующую. Настройки удалённого хранилища данных и журналов выполняются по инструкции.

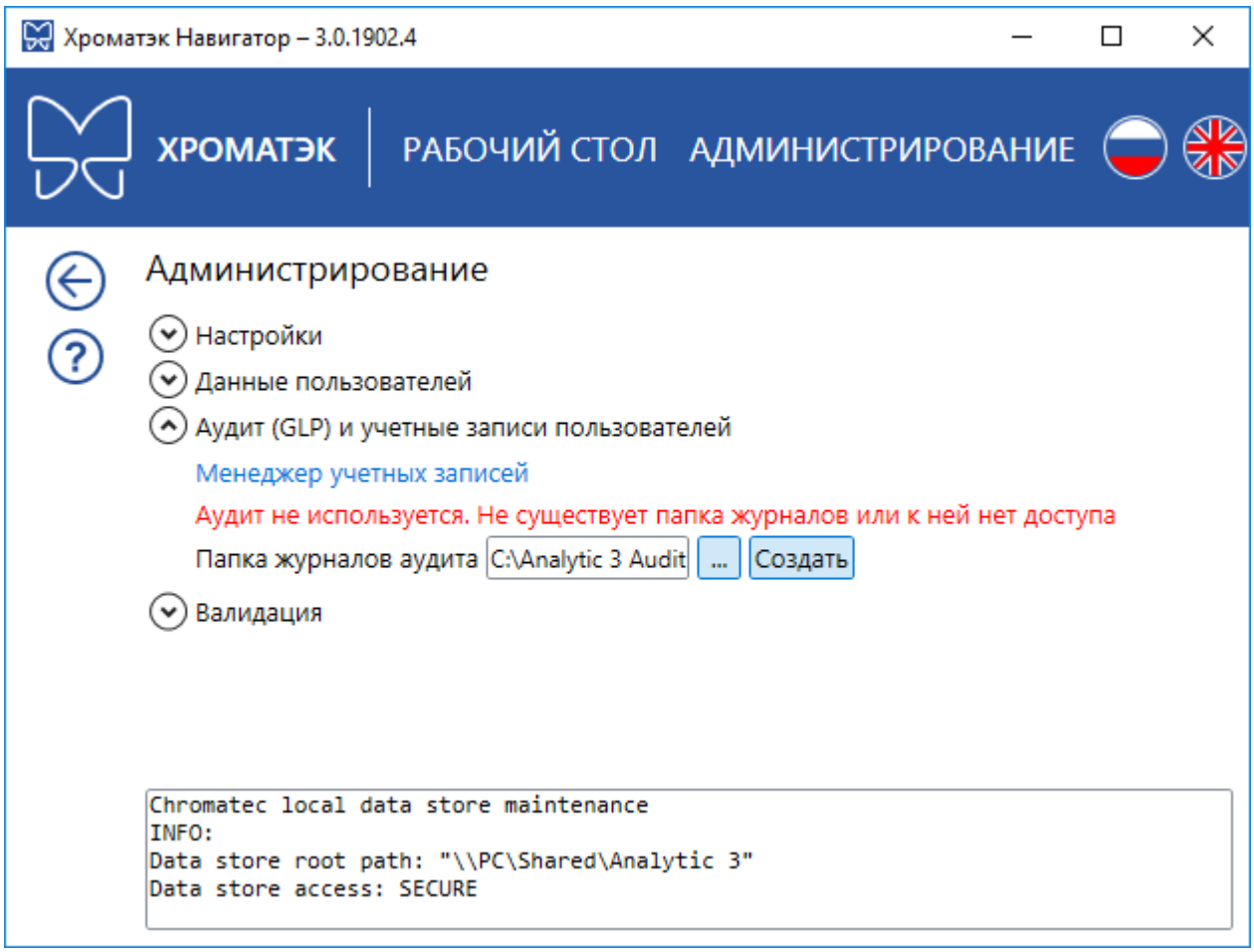


Рисунок 6.11 – Включение аудита

После задания папки журналов "Хроматэк Навигатор" перезапускается.

- Далее снова раскройте группу параметров Аудит (GLP) и учётные записи пользователей.
- Если вы хотите создавать ревизии всех изменений хроматограмм, включите опцию – **Создавать копию хроматограммы при изменении**.

Далее включите защиту данных от изменения сторонним ПО.

- Раскройте группу параметров **Данные пользователя**.

Нажмите на кнопку с открытым замком. Замок закроется – папка данных защищена.

Защита папки может быть включена и выключена в данном диалоге только для локального компьютера. Если папка данных расположена на удалённом компьютере, она защищается по инструкции.

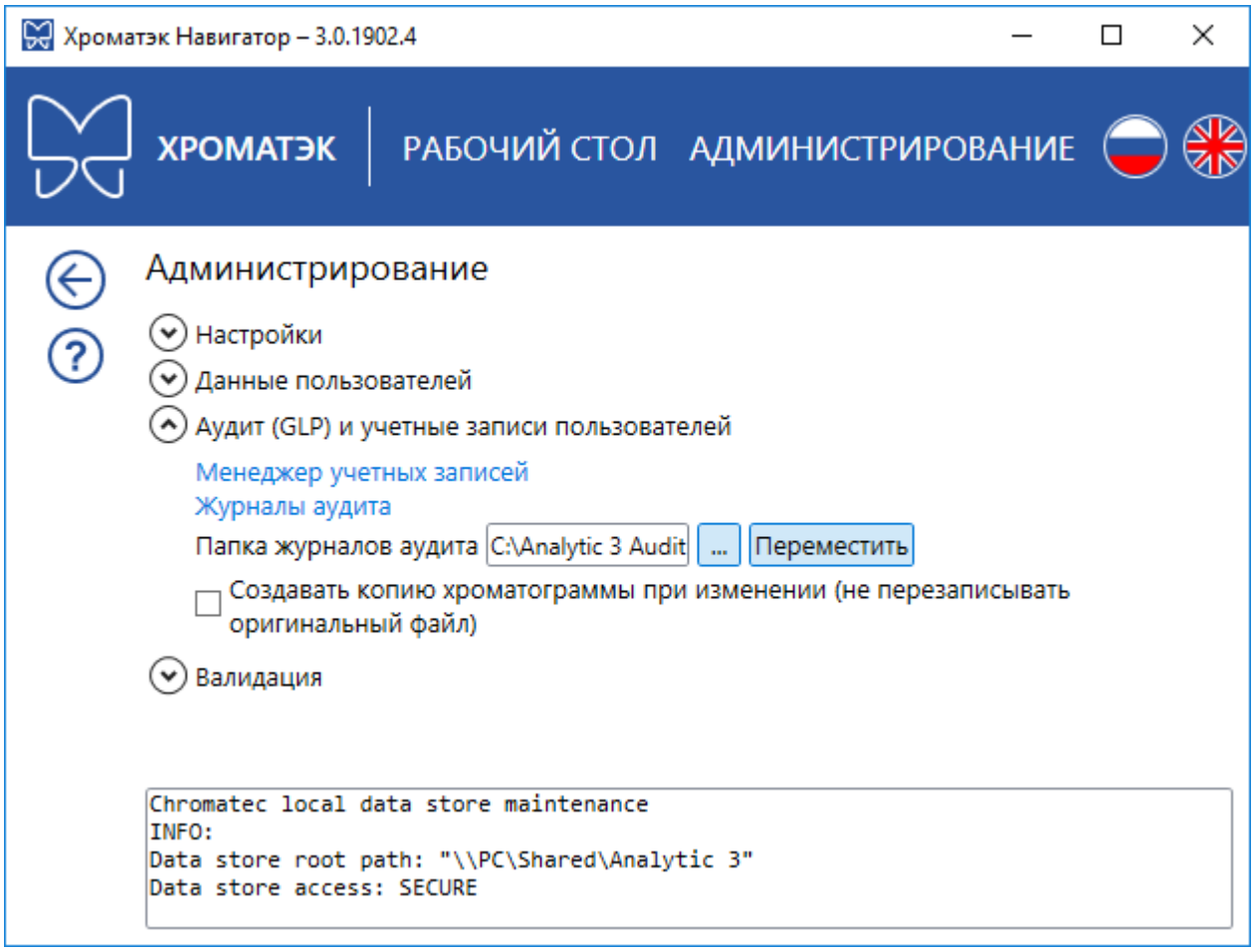


Рисунок 6.12 – Настройка параметров аудита

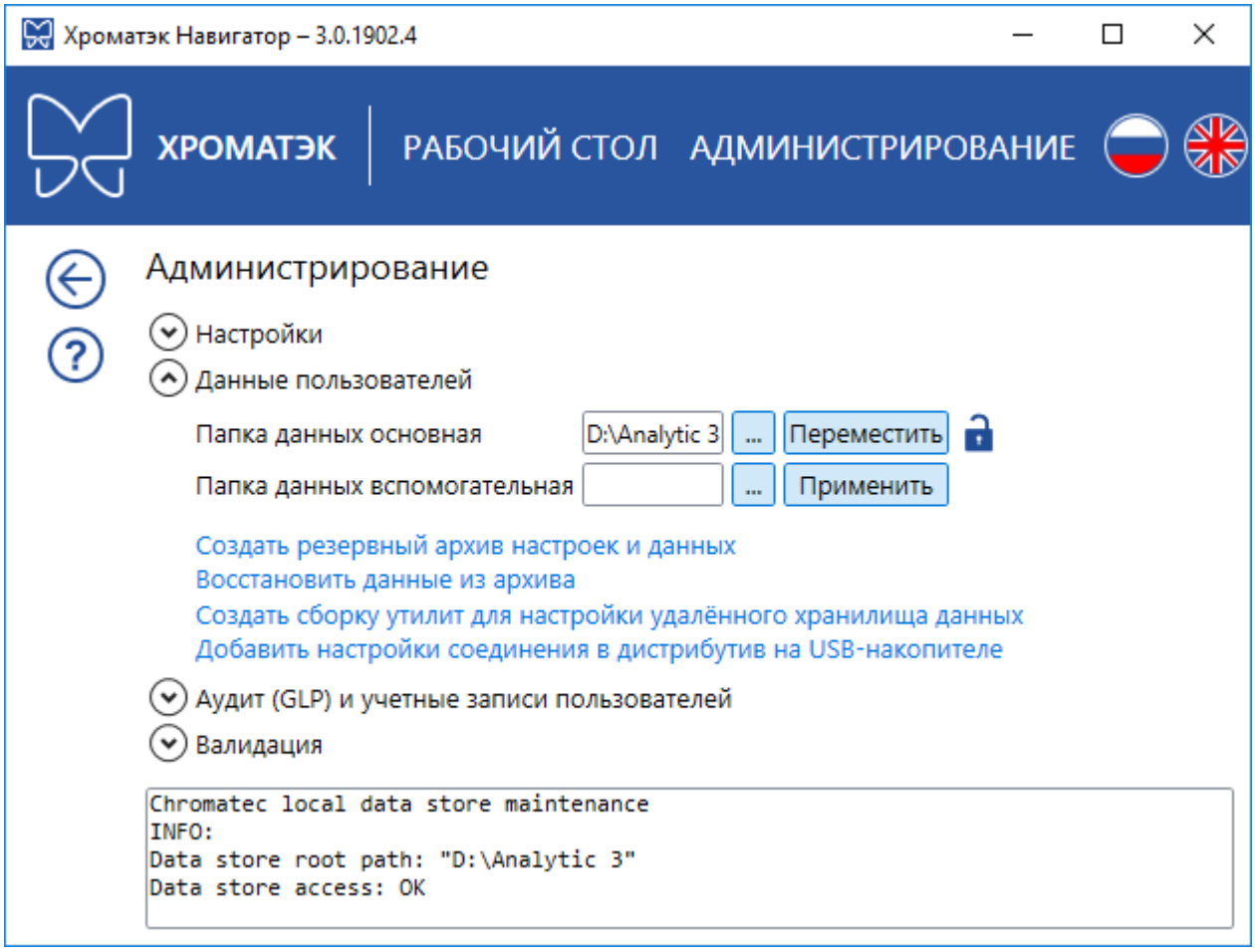


Рисунок 6.13 – Защита данных от изменения сторонним ПО

6.2.3 Журналы детального аудита

На странице **Аудит** перейдите на закладку **Детальный аудит**. При этом будет открыт последний журнал, который вы просматривали. При первом переходе – главный журнал.

Здесь вы можете:

- Просматривать записи за определенный период времени (по умолчанию отображаются все записи).
- Сортировать записи щелчком по заголовку столбца в таблице.
- Фильтровать записи по заданному критерию с помощью меню кнопки ▼ в заголовках столбцов.

Чтобы открыть интересующий журнал аудита, нажмите на соответствующую кнопку на боковой панели.

Вы можете открыть любой из следующих журналов:

Главный журнал. Здесь сохраняется информация о том, когда были включены или выключены опции аудита, а также когда было создано хранилище журналов.

Аудит проекта. С помощью данного пункта меню вы можете выбрать журнал проекта, где сохраняется информация о времени создания и изменения хроматограмм.

Аудит прибора. Вы можете выбрать журнал прибора (по его серийному номеру). Здесь сохраняется информация о событиях прибора (изменение конфигурации, передача методов, начало и окончание анализов и т.п.).

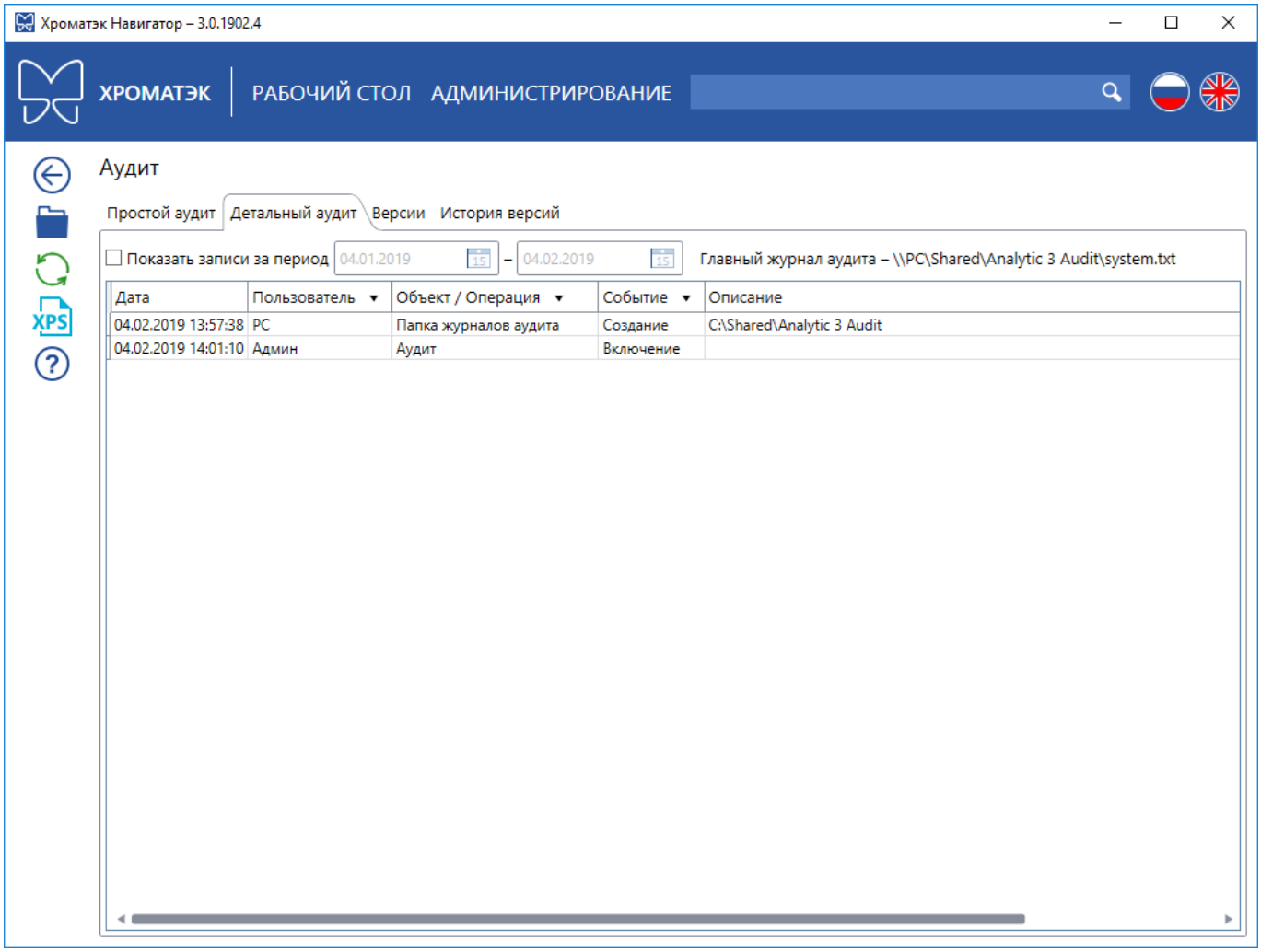


Рисунок 6.14 – Главный журнал

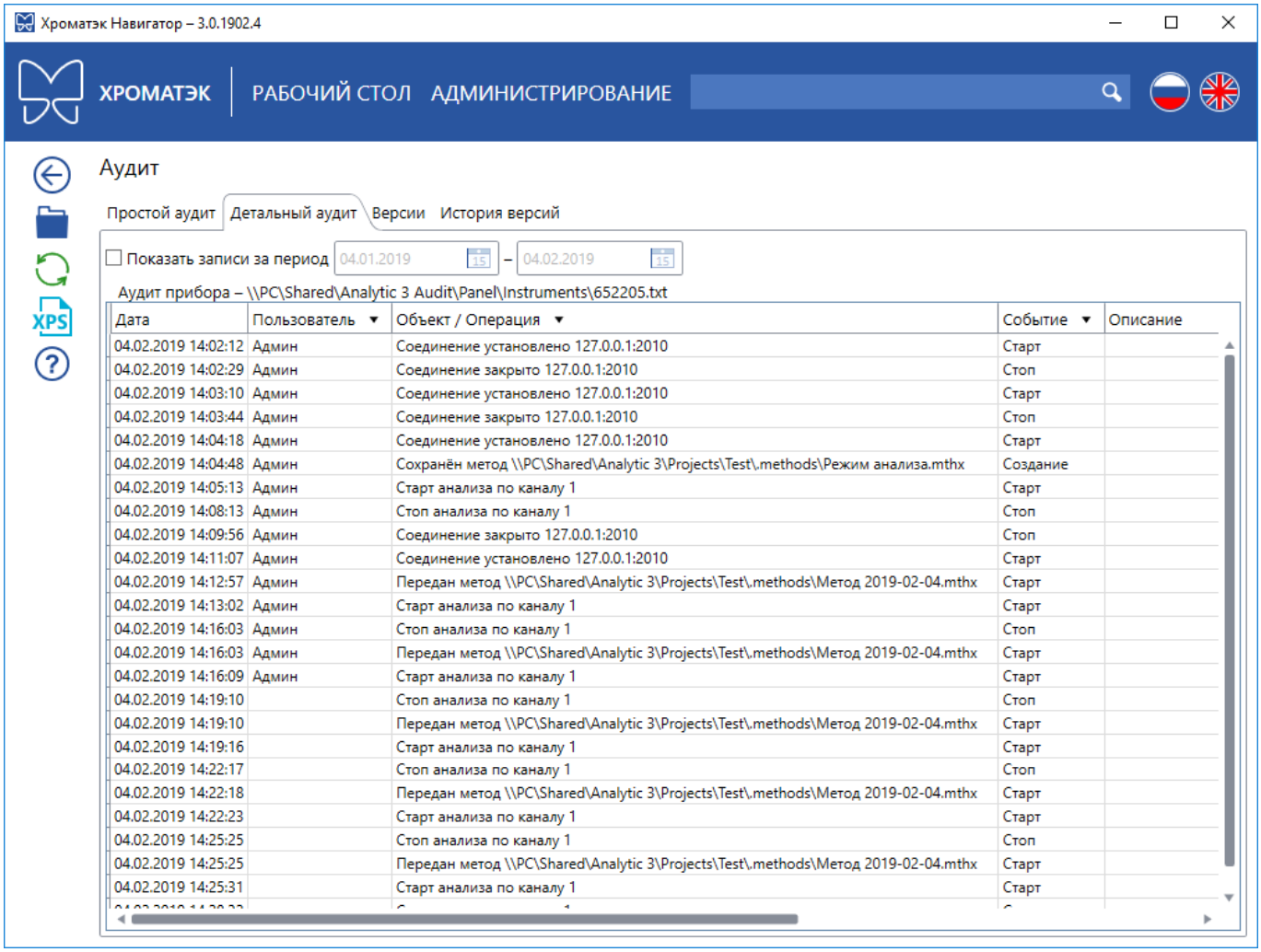


Рисунок 6.15 – Аудит прибора

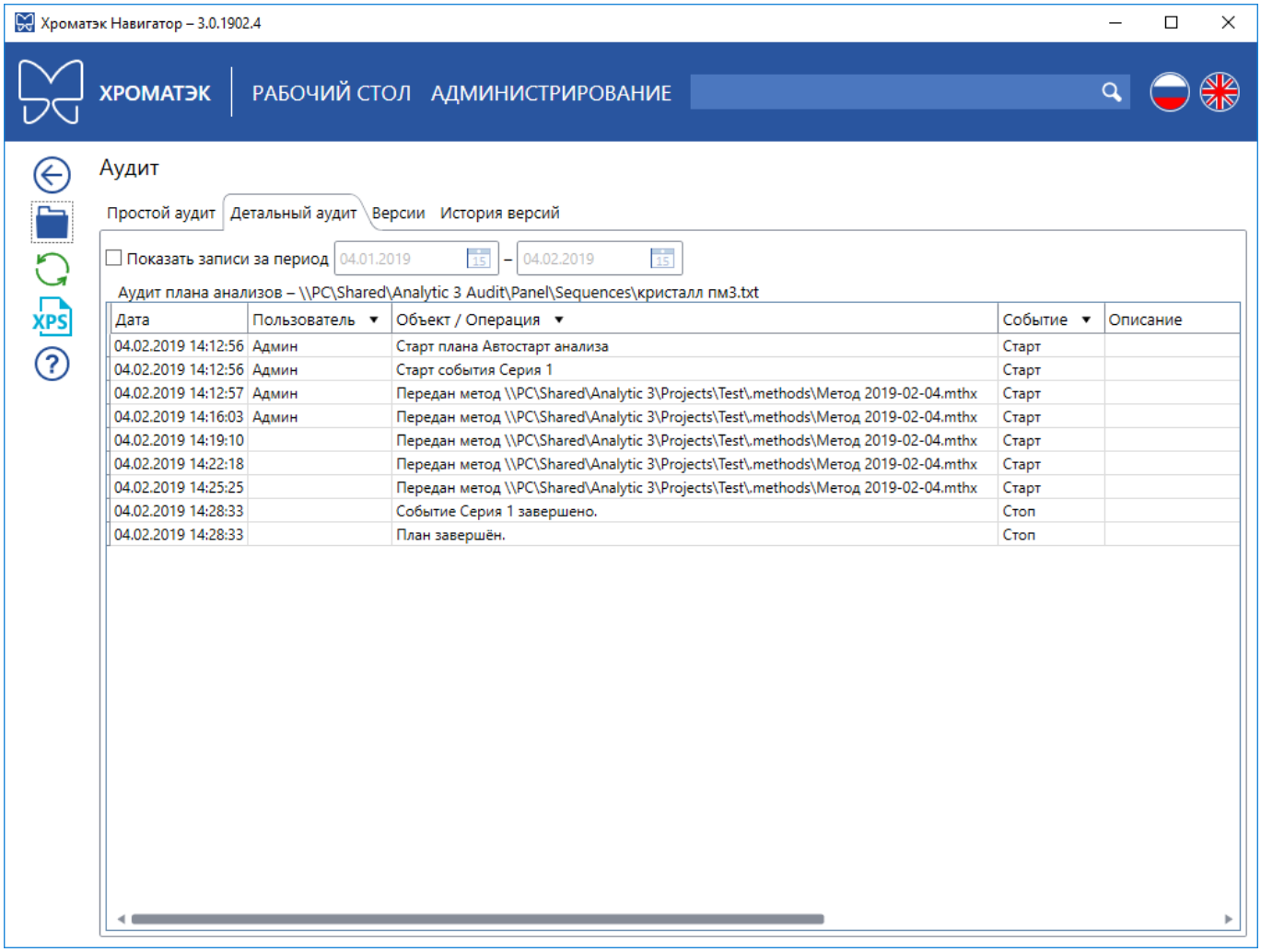


Рисунок 6.16 – Аудит плана анализов

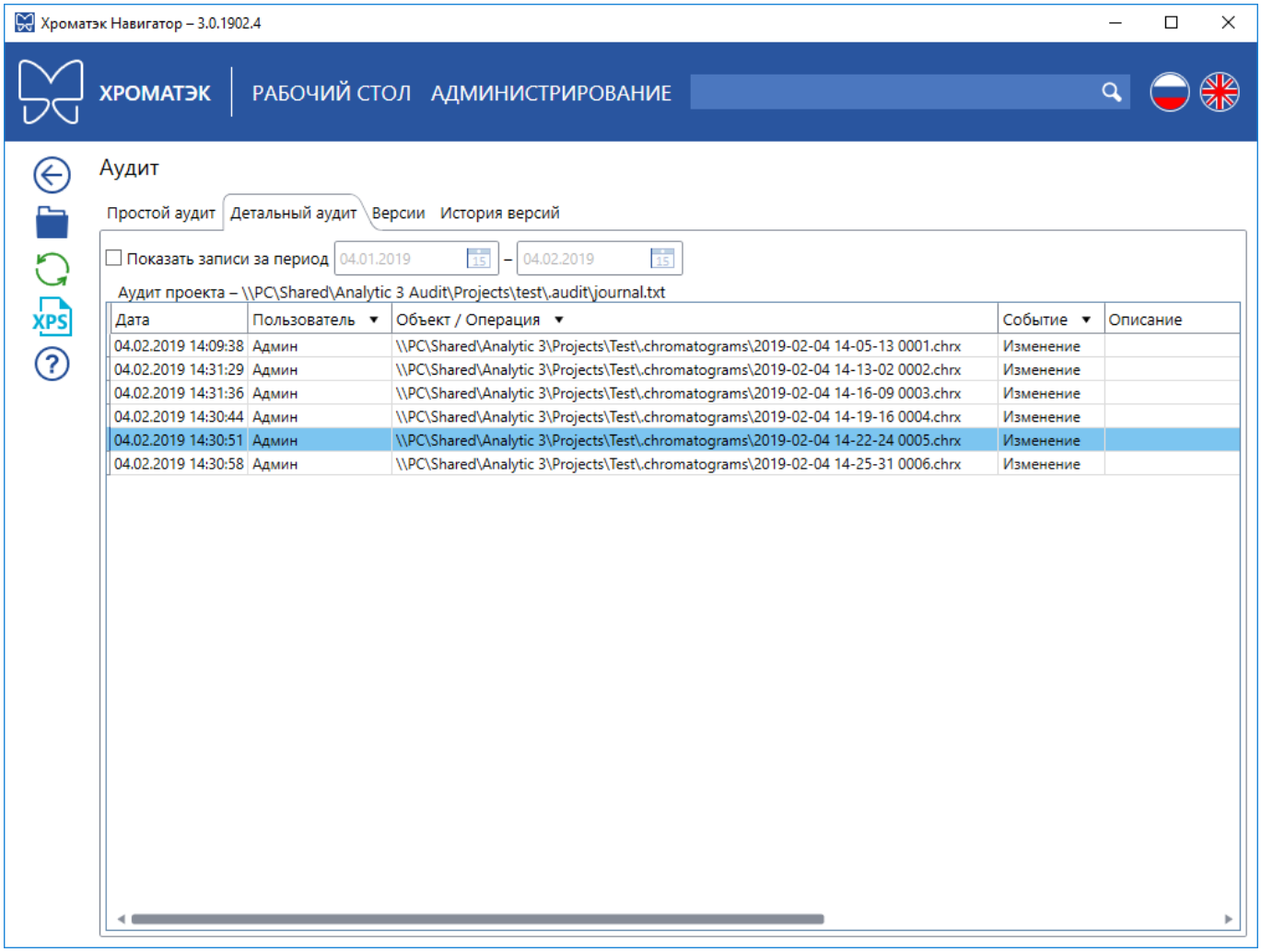


Рисунок 6.17 – Аудит проекта

Если вы дважды щелкните по любой строке в журнале проекта, откроется журнал соответствующей хроматограммы (или метода).

Если включена опция сохранения копий хроматограммы при любом изменении, в правой части окна будет показан список ревизий данной хроматограммы. Последняя запись в этом списке – текущее состояние хроматограммы.

Аудит плана (последовательности). Вы можете выбрать журнал плана. По умолчанию план анализов сохраняется в соединении, поэтому в данном меню вы увидите список ваших соединений. Если вы сохраняли план в отдельном файле, он так же будет доступен в этом меню. Здесь сохраняется информация о процессе выполнения плана анализов.

Вы можете извлечь любую из ревизий, для этого достаточно дважды щелкнуть мышью на ней. Появится диалог сохранения файла. Выберите папку и нажмите **Сохранить**. Сразу после сохранения данная ревизия будет открыта в программе "Хроматэк Аналитик".

Вы можете выбрать любую папку, кроме защищенной папки проектов.

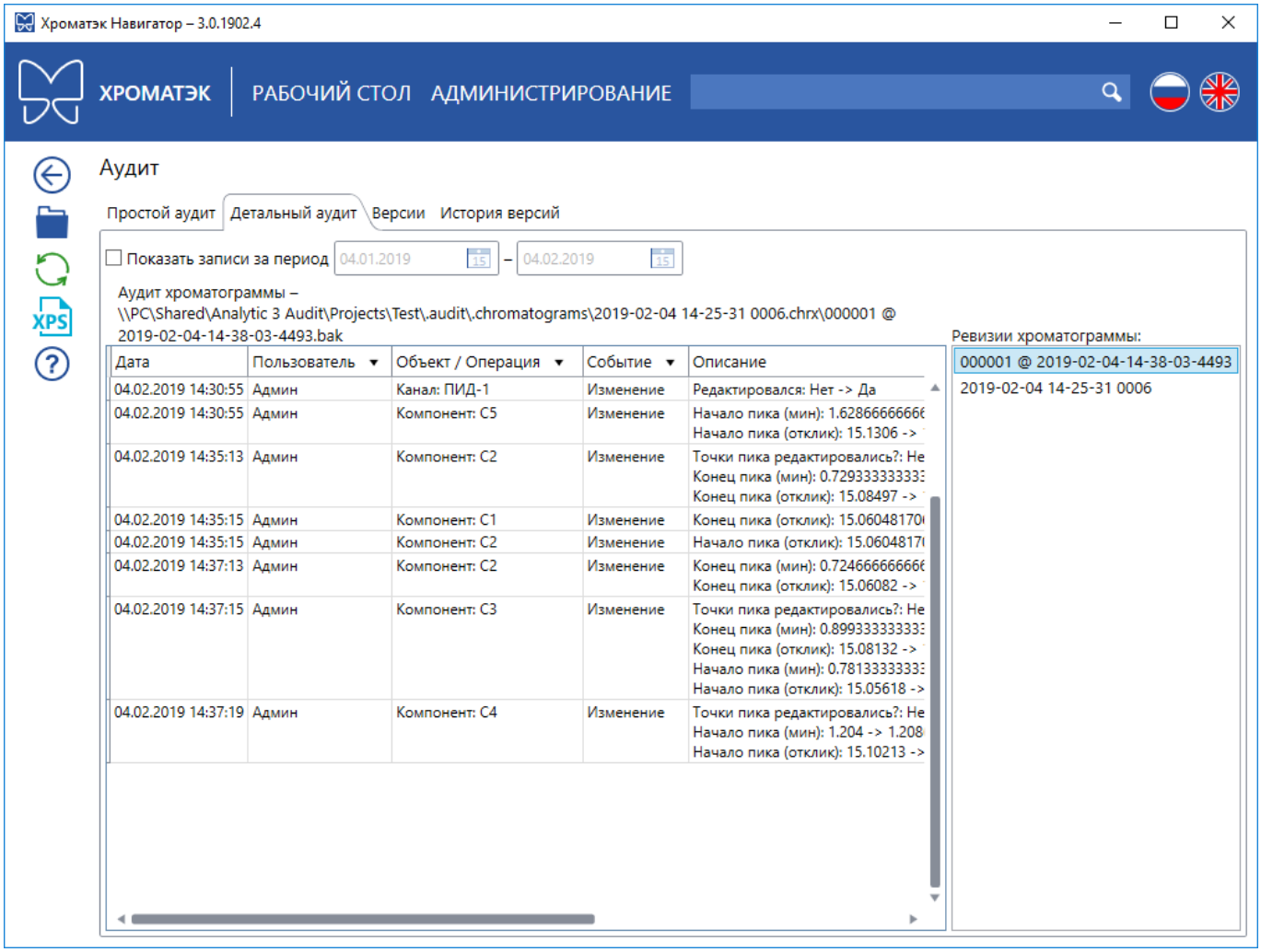


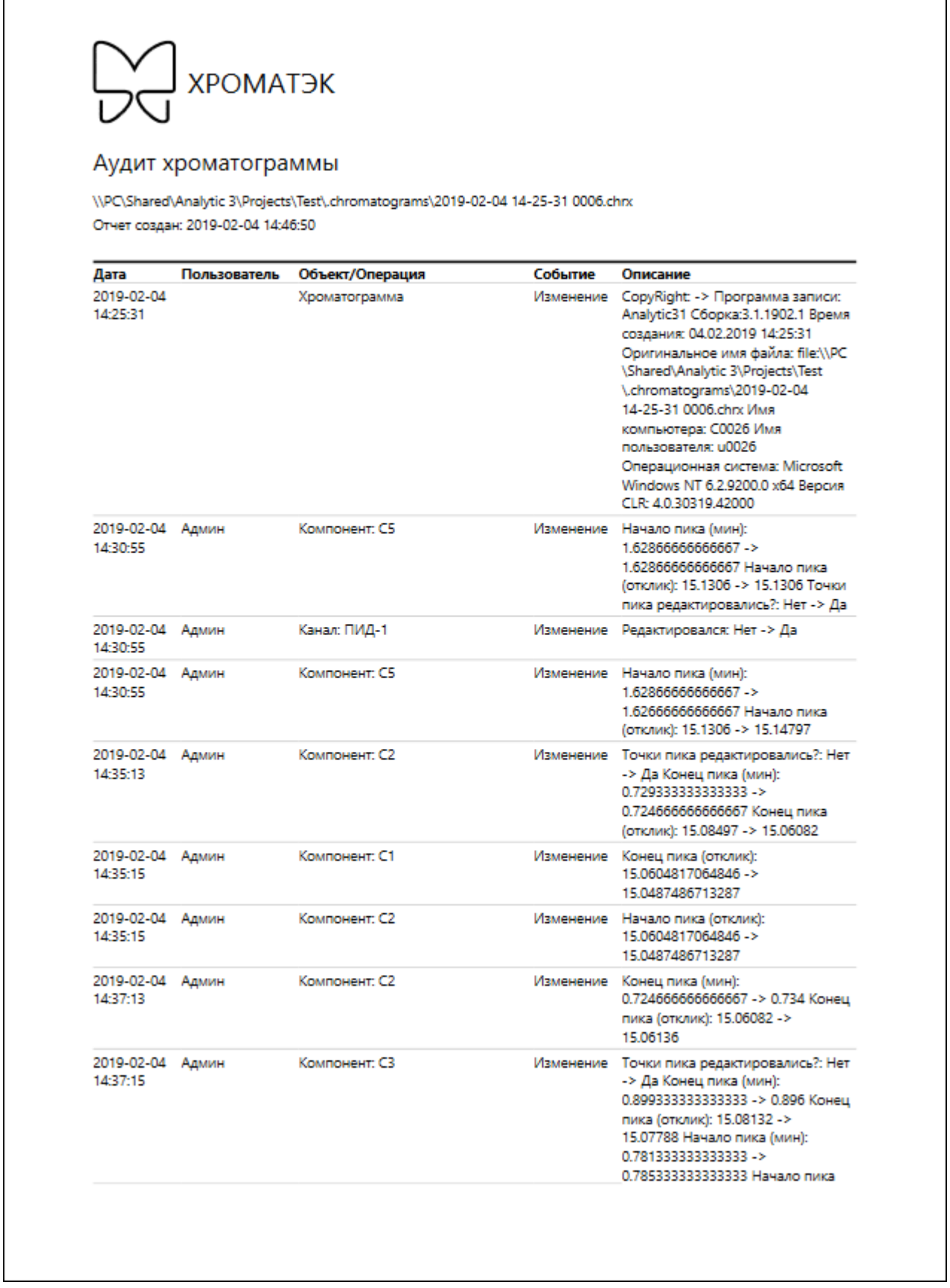
Рисунок 6.18 – Аудит хроматограммы. Список ревизий хроматограммы

6.2.4 Отчёты по аудиту

По любому из журналов аудита можно создать отчёт. Для этого нажмите на кнопку **Создать отчёт в XPS** на боковой панели.

Отчёт будет сохранён в папке отчётов и откроется в "Хроматэк Навигатор".

Если вам необходимо включить данный отчёт в валидационный пакет (протокол квалификации IQ/OQ/PQ), в качестве принтера выбирайте – **Microsoft XPS Document Writer**. Этот виртуальный принтер входит в состав любой ОС Windows, начиная с Windows 7. Отчёт будет сохранен в формате **XPS**. Полученный файл можно включить в валидационный пакет.


ХРОМАТЭК

Аудит хроматограммы

\\PC\Shared\Analytic 3\Projects\Test\.chromatograms\2019-02-04 14-25-31 0006.chrx

Отчет создан: 2019-02-04 14:46:50

Дата	Пользователь	Объект/Операция	Событие	Описание
2019-02-04 14:25:31		Хроматограмма	Изменение	CopyRight: -> Программа записи: Analytic31 Сборка:3.1.1902.1 Время создания: 04.02.2019 14:25:31 Оригинальное имя файла: file:\\PC \Shared\Analytic 3\Projects\Test \.chromatograms\2019-02-04 14-25-31 0006.chrx Имя компьютера: C0026 Имя пользователя: u0026 Операционная система: Microsoft Windows NT 6.2.9200.0 x64 Версия CLR: 4.0.30319.42000
2019-02-04 14:30:55	Админ	Компонент: C5	Изменение	Начало пика (мин): 1.62866666666667 -> 1.62866666666667 Начало пика (отклик): 15.1306 -> 15.1306 Точки пика редактировались?: Нет -> Да
2019-02-04 14:30:55	Админ	Канал: ПИД-1	Изменение	Редактировался: Нет -> Да
2019-02-04 14:30:55	Админ	Компонент: C5	Изменение	Начало пика (мин): 1.62866666666667 -> 1.62666666666667 Начало пика (отклик): 15.1306 -> 15.14797
2019-02-04 14:35:13	Админ	Компонент: C2	Изменение	Точки пика редактировались?: Нет -> Да Конец пика (мин): 0.729333333333333 -> 0.724666666666667 Конец пика (отклик): 15.08497 -> 15.06082
2019-02-04 14:35:15	Админ	Компонент: C1	Изменение	Конец пика (отклик): 15.0604817064846 -> 15.0487486713287
2019-02-04 14:35:15	Админ	Компонент: C2	Изменение	Начало пика (отклик): 15.0604817064846 -> 15.0487486713287
2019-02-04 14:37:13	Админ	Компонент: C2	Изменение	Конец пика (мин): 0.724666666666667 -> 0.734 Конец пика (отклик): 15.06082 -> 15.06136
2019-02-04 14:37:15	Админ	Компонент: C3	Изменение	Точки пика редактировались?: Нет -> Да Конец пика (мин): 0.899333333333333 -> 0.896 Конец пика (отклик): 15.08132 -> 15.07788 Начало пика (мин): 0.781333333333333 -> 0.785333333333333 Начало пика

Рисунок 6.19 – Предпросмотр отчёта

6.3 Управление данными пользователя

6.3.1 Изменение расположения папки данных

Место расположения проектов задается автоматически во время установки программы "Хроматэк Аналитик 3.x". По умолчанию проекты устанавливаются в папку **"C:\Analytic 3"** (или **"D:\Analytic 3"**, если на компьютере несколько логических дисков).

Чтобы изменить расположение папки данных потребуются права администратора компьютера.

Если вам необходимо переместить папку данных в другое место, запустите программу "Хроматэк Навигатор".

- Перейдите в раздел **Администрирование**. Программа при этом перезапускается от имени администратора. Если ваша учетная запись Windows не имеет прав администратора, вам будет предложено ввести пароль.
- Раскройте группу параметров **Данные пользователя**.
- Здесь показано текущее расположение папки данных. Нажмите **[...]** и в появившемся диалоге выберите новое расположение папки данных. Если нужно задать сетевую папку, введите путь к ней вручную.
- Нажмите Переместить.

При размещении хранилища данных на удаленном компьютере (сервере), настройка папки данных более сложна. См. соответствующую инструкцию.

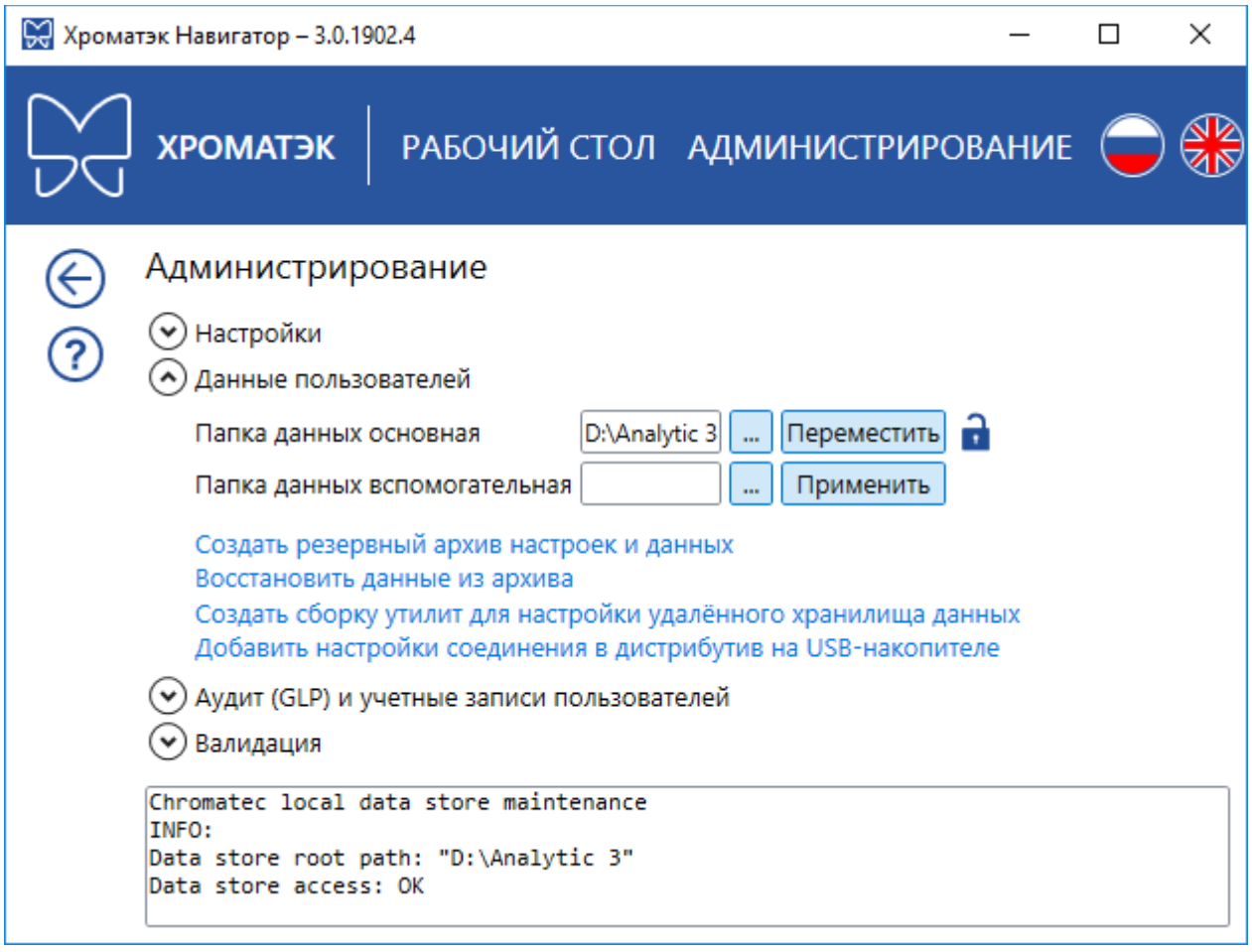


Рисунок 6.20 – Перемещение основного хранилища данных

Чтобы защитить папку данных от изменения сторонним ПО, нажмите на кнопку-замок. Если замок закрыт – папка защищена.

Так же вы можете создать вспомогательную папку данных. Например, основное хранилище данных располагается на удалённом компьютере, оно защищено, включен аудит. Вспомогательное можно разместить на локальном компьютере без защиты, для проведения анализов, по которым не требуется вести аудит.

Чтобы записывать хроматограммы во вспомогательном хранилище, после его задания в настройках соединения вручную укажите путь к проекту в данной папке.

6.3.2 Архивирование данных

Вы можете сохранить в архиве настройки всех программ пакета "Хроматэк Аналитик", методы и хроматограммы. Это позволит вам в случае каких-либо проблем с компьютером быстро восстановить все сохраненные данные и продолжить работу. Вы так же сможете избежать процедуры настройки "Хроматэк Аналитик" при замене компьютера.

Для выполнения данной операции потребуются права администратора компьютера.


Запустите программу "Хроматэк Навигатор".

- Перейдите в раздел **Администрирование**. Программа при этом перезапускается от имени администратора. Если ваша учетная запись Windows не имеет прав администратора, вам будет предложено ввести пароль.
- Раскройте группу параметров **Данные пользователя**.
- Нажмите на ссылку – **Создать резервный архив настроек и данных**. В появившемся меню выберите вариант сохранения:
- "Сохранить в архиве настройки и методы".
- "Сохранить в архиве настройки, методы и хроматограммы".

Если в архиве будут сохранены хроматограммы, его размер может достигать нескольких гигабайт.

При создании нового архива старые не удаляются. Если они занимают слишком много места на диске, удалите их вручную.

Резервные копии хранятся в папке "c:\ProgramData\Chromatec\Backup\".

Вы можете переместить файлы архивов по своему усмотрению.

Резервное копирование удобно, когда вам требуется заменить компьютер. Перенесите архив на новый компьютер, установите "Хроматэк Аналитик" и восстановите данные из архива. Все настройки так же будут восстановлены и вам не придется выполнять их снова.

- Для восстановления настроек нажмите – **Восстановить данные из архива**. Выберите файл архива и нажмите **Открыть**.

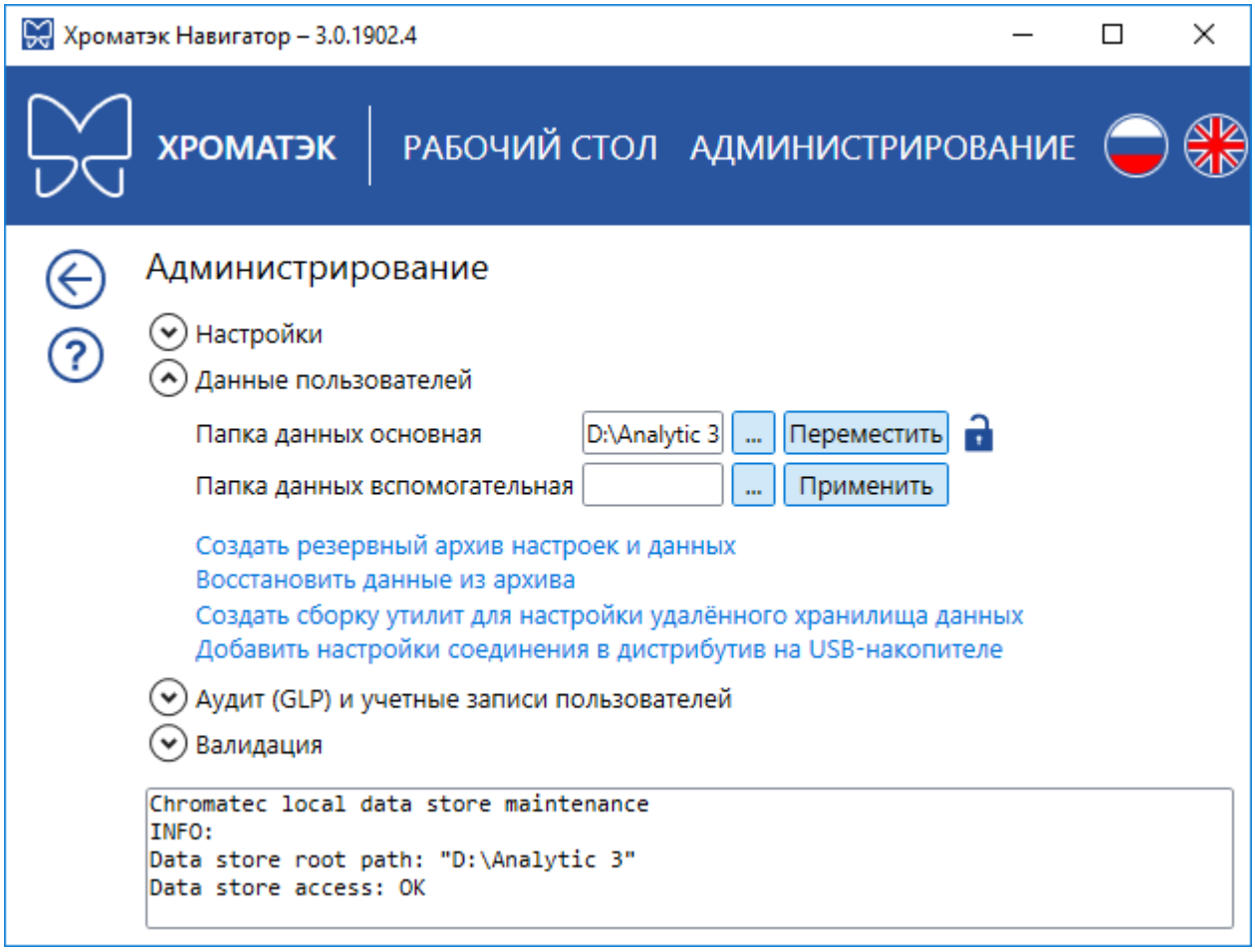


Рисунок 6.21 – Создание резервного архива

6.3.3 Защита данных

Все пользовательские данные (результаты хроматографического анализа, отчёты, шаблоны) могут быть защищены от случайного или намеренного изменения/удаления пользователем с применением стороннего ПО, или действий вредоносных программ без участия пользователя.

Чтобы включить защиту данных, запустите программу "Хроматэк Навигатор".

- Перейдите в раздел **Администрирование**. Программа при этом перезапускается от имени администратора. Если ваша учетная запись Windows не имеет прав администратора, вам будет предложено ввести пароль.
- Раскройте группу параметров **Данные пользователя**.

Нажмите на кнопку с открытым замком. Замок закроется – папка данных защищена. Теперь данные пользователя нельзя удалить или изменить с помощью стороннего ПО.

Защиту данных следует всегда включать, когда включён аудит, но можно использовать и без него.

6.4 Регламент технического обслуживания

"Панель управления" позволяет настроить памятку о необходимости проведения регламентных работ. Для настройки памятки перейдите на закладку **Сервис**.

На данной закладке включите активность операций техобслуживания, напоминание о которых хотите получать.

Задайте для каждой операции период времени, через который программа предложит её провести, или число вколов пробы.

Помимо слежения за данными счетчиками программа реагирует на превышение сигналом детектора допустимого значения, если оно задано. Задать допустимое значение сигнала для каждого детектора можно в экспертных настройках конфигурации.

При достижении предельного значения какого-либо счетчика или получении от хроматографа сообщения о превышении допустимого сигнала детектора, окно "Панели управления" выводится поверх остальных окон с активной закладкой **Сервис**.


Выполните предложенное техническое обслуживание и закройте сообщение.

Сообщение о превышении допустимого сигнала детектора закрыть нельзя! Оно исчезнет само, когда сигнал детектора войдет в пределы допустимого диапазона.

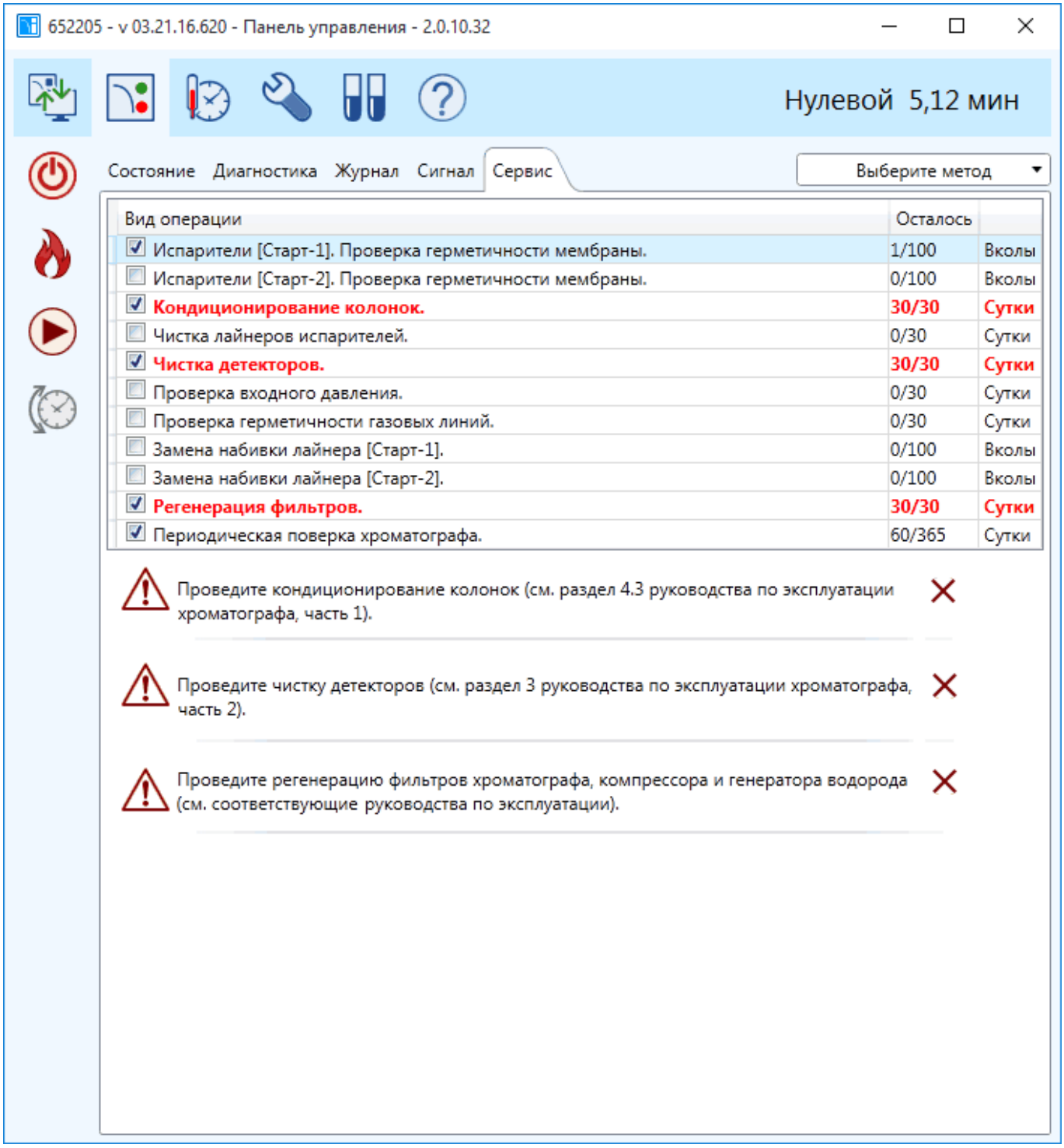


Рисунок 6.22 – Сообщения о необходимости проведения техобслуживания

6.5 Сервисные операции

При установке комплекса, проведении работ по техническому обслуживанию или валидации сервис-инженер может использовать специальные операции, упрощающие проведение данных процедур.

По умолчанию в "Панели управления" доступны следующие операции:

- Фиксация времен удерживания. Операция применяется после замены колонки.
- Калибровка датчика расхода. Операция применяется при проведении валидации хроматографа.
- Отжиг таблетки ТИД. Операция применяется после замены солевой таблетки в детекторе ТИД.
- Отжиг конца колонки в ПФД. Операция применяется после установки (переустановки) колонки при работе с детектором ПФД.


Для использования сервисных операций перейдите на страницу **Состояние**. Далее перейдите на закладку **Сервис**.


Нажмите на кнопку **Сервисные операции** и в появившемся меню выберите пункт с таким же именем. Будет открыта страница, показанная на рисунке ниже.


Нажмите на кнопку – **Выбрать операцию**.

- Выберите нужную операцию.


Нажмите на кнопку – **Старт**.

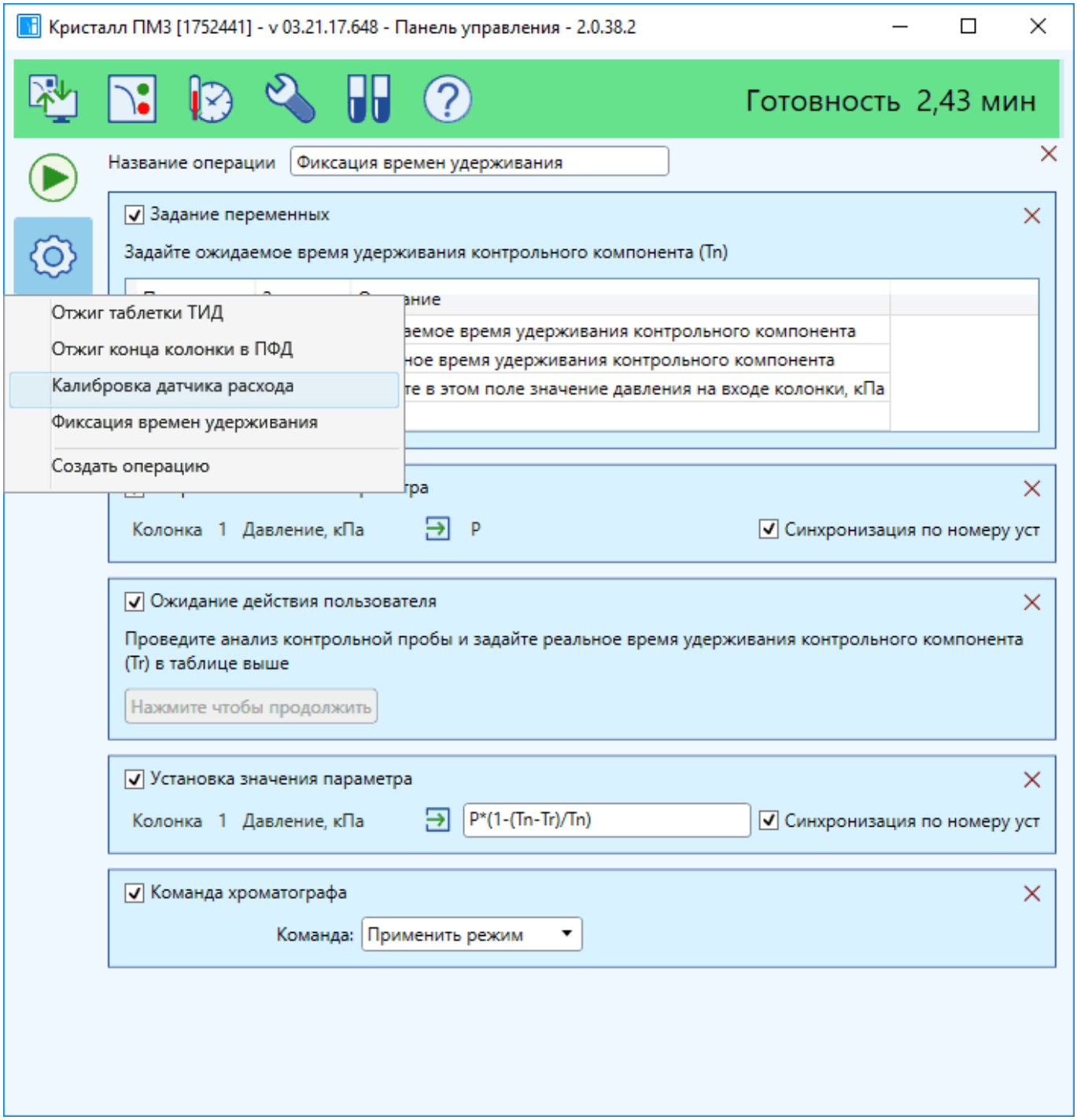


Рисунок 6.23 – Выбор сервисной операции

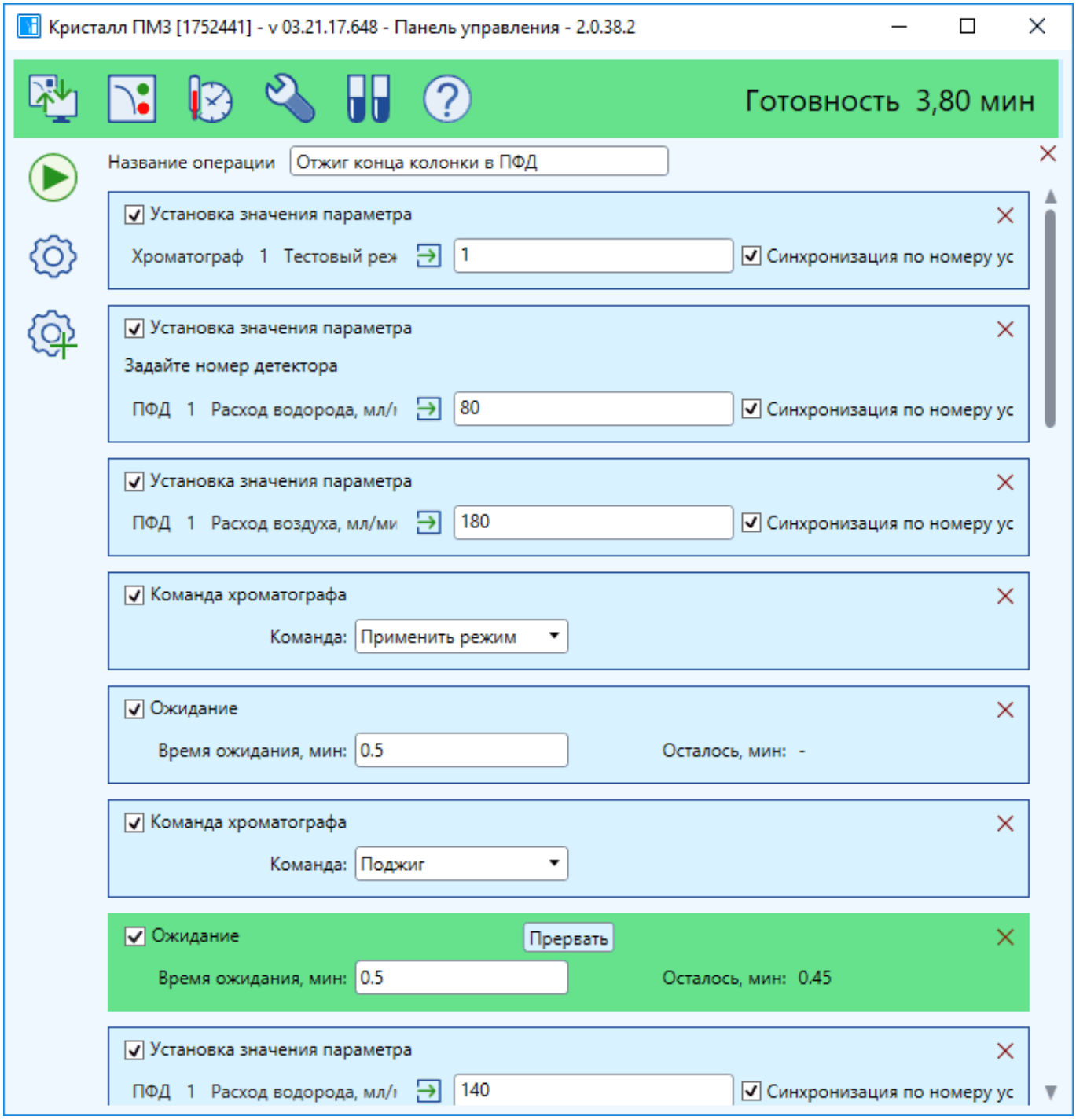


Рисунок 6.24 – Выполнение сервисной операции

6.5.1 Команды сервисных операций

Вы можете не только использовать сервисные операции, доступные по умолчанию, но и создавать новые.

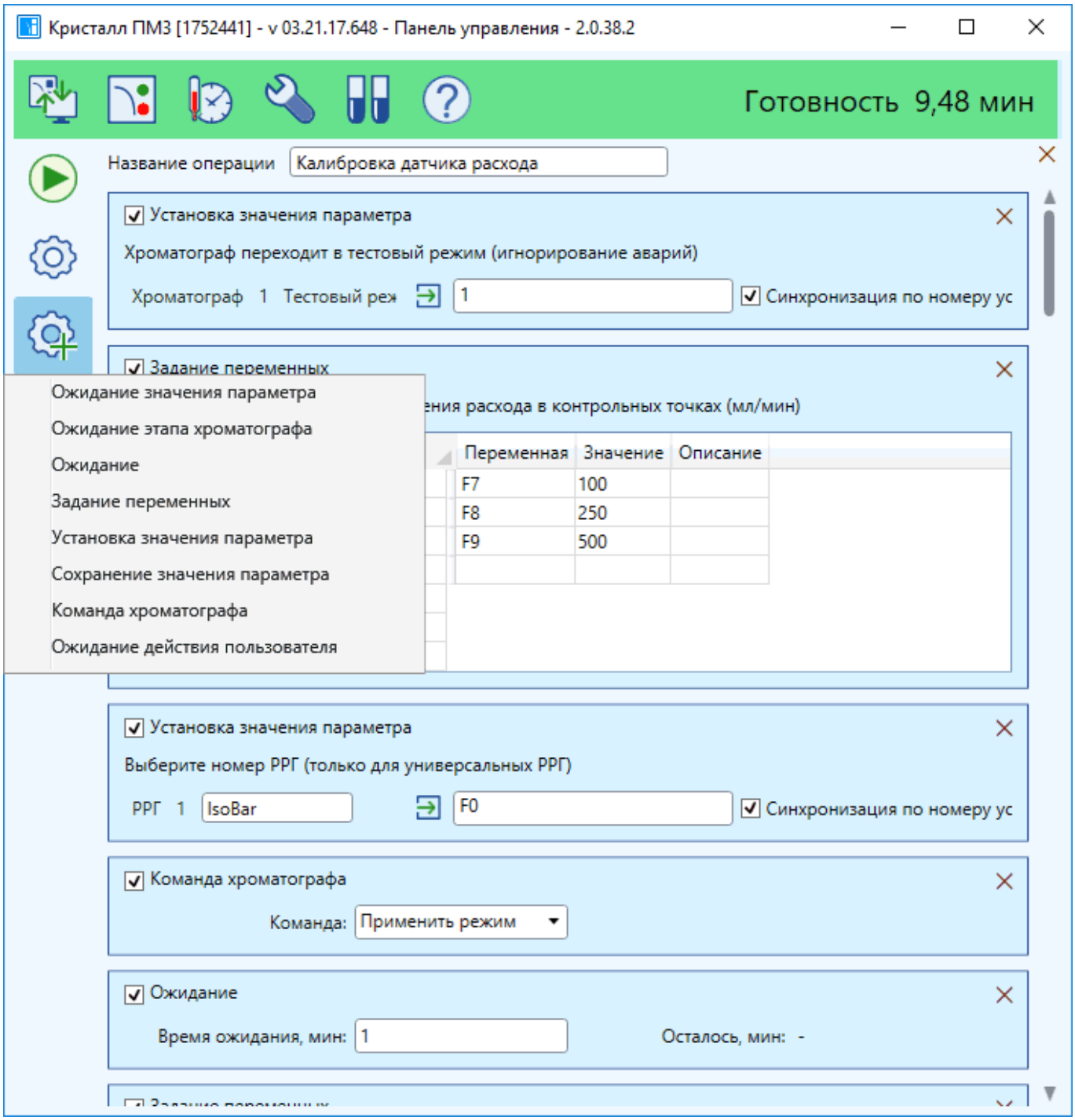


Рисунок 6.25 – Добавление команд

Ожидание значения параметра. Последовательность команд ставится на паузу, пока не будет достигнуто заданное значение указанного параметра.

Ожидание этапа хроматографа. Последовательность команд ставится на паузу, пока хроматограф не перейдет на заданный этап.

Ожидание. Здесь задается время ожидания. По его истечении выполнение команд будет продолжено.

Ожидание действия пользователя. Для продолжения выполнения команд пользователь должен нажать на кнопку – **Нажмите чтобы продолжить**. Обычно при этом от пользователя требуется вручную задать какие-либо данные (значения переменных).

Команды ожидания можно принудительно прервать, нажав на кнопку – **Прервать**.

Задание переменных. Пользователь может объявить неограниченное количество переменных, которые могут участвовать в каких-либо расчётах. Чтобы создать новую переменную, щелкните по пустой строке таблицы, введите имя переменной, значение по умолчанию и, при необходимости, описание.

Установка значения параметра. Здесь можно задать значение любого параметра, поддерживаемого хроматографом. В строке ввода значения параметра можно использовать формулы с ранее объявленными переменными.

Сохранение значения параметра. Ранее объявленной переменной можно присвоить значение любого параметра хроматографа для последующего использования.

Команда хроматографа. Хроматографу могут быть переданы следующие команды:

- Применить режим.
- Старт анализа.
- Стоп анализа.
- Охлаждение.
- Поджиг.
- Сохранить конфигурацию.

Команду **Применить режим** следует включать в последовательность после команд **Установка значения параметра** (после каждой такой команды или после нескольких команд, в зависимости от текущей потребности). Без этой команды хроматограф не будет отрабатывать заданный параметр.

Сервисные операции сохраняются автоматически.

6.5.2 Калибровка датчика расхода

Операция применяется при проведении валидации хроматографа **только для универсальных РРГ**.

Измеряемые регулятором расхода (давления) газа значения расхода и давления могут отличаться от реальных значений. Данная операция позволяет уточнить показания датчиков расхода.

Как подготовить газовую схему калибровки регулятора описано в инструкции по валидации.



Нажмите на кнопку – **Выбрать операцию**. Выберите операцию – **Калибровка датчика расхода**.

- Задайте значения десяти точек калибровки. По умолчанию – 0, 3, 5, 10, 15, 25, 50, 100, 20, 500 мл/мин.
- Выберите номер РРГ.



Нажмите на кнопку – **Старт**.

- Введите в таблице реальное значение расхода газа, измеренное **поверенным расходомером**.
- Нажмите на кнопку продолжения.
- Повторите п. 4-5 для всех калибровочных точек.

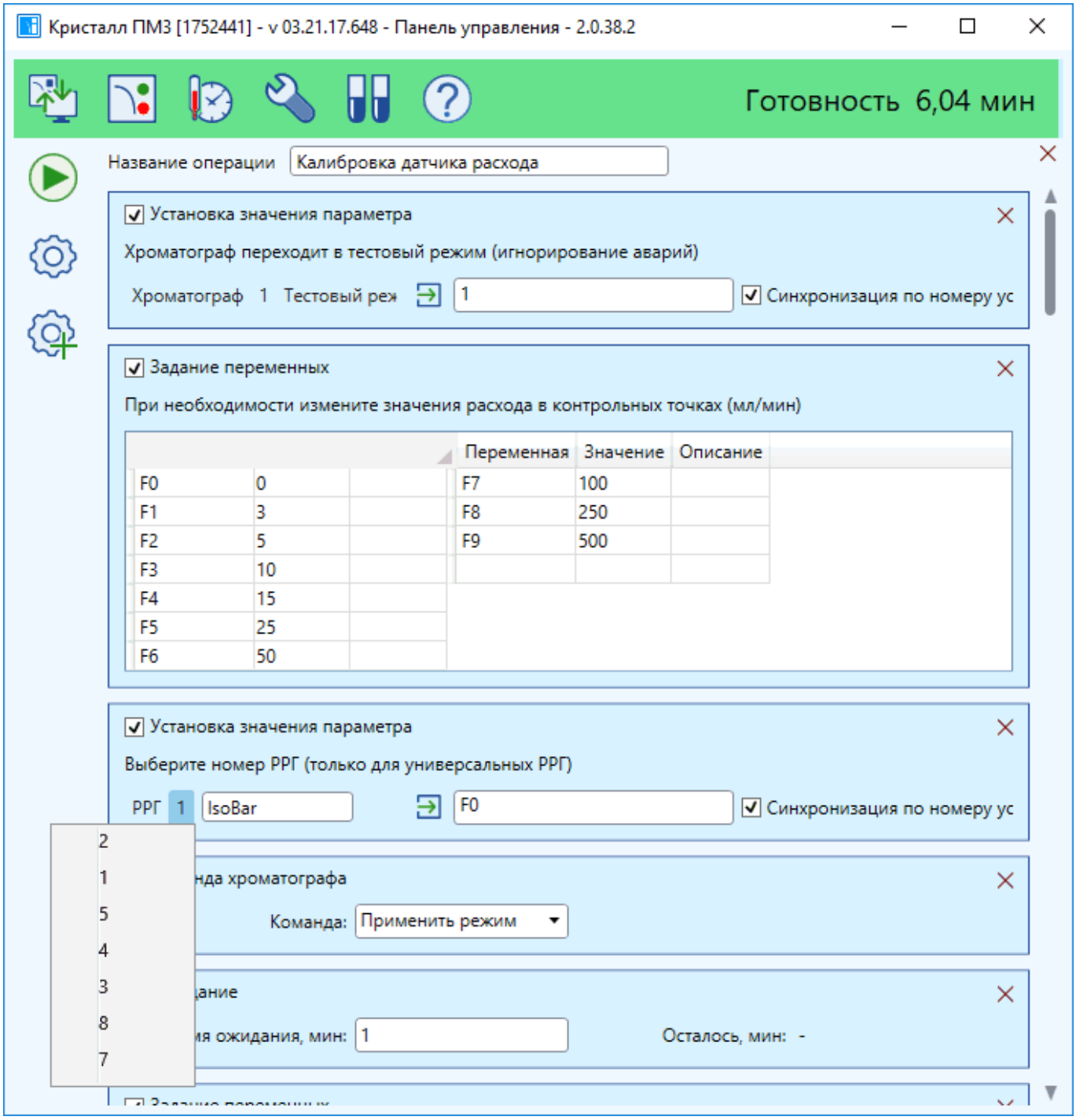


Рисунок 6.26 – Калибровка датчика расхода. Подготовка

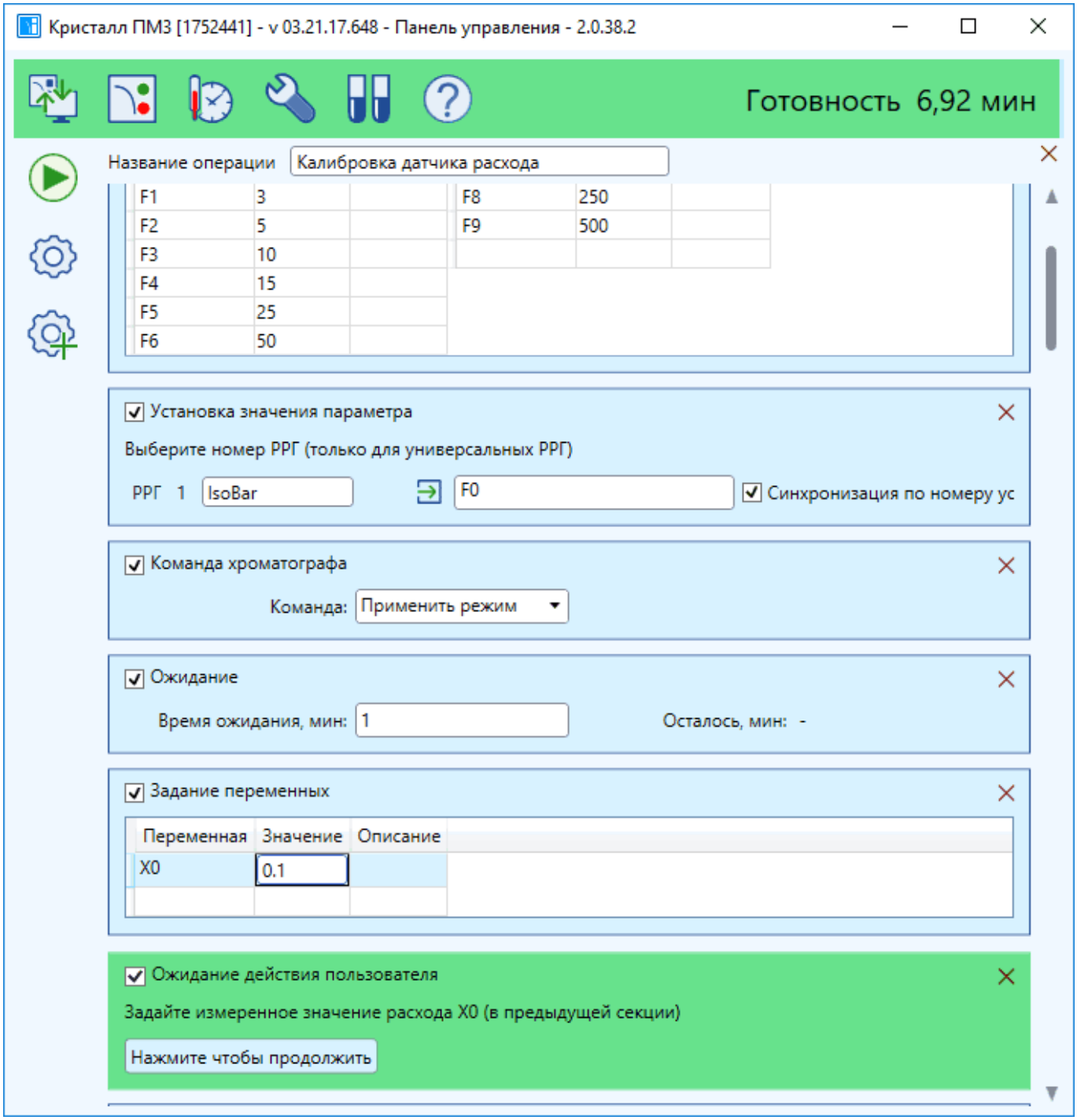


Рисунок 6.27 – Калибровка датчика расхода. Выполнение операции

6.5.3 Отжиг таблетки ТИД

Операция применяется после замены таблетки ТИД.

Нажмите на кнопку – **Выбрать операцию**. Выберите операцию – **Отжиг таблетки ТИД**.

- Задайте номер детектора.

Нажмите на кнопку – **Старт**.

- После завершения процедуры передайте хроматографу рабочий режим.

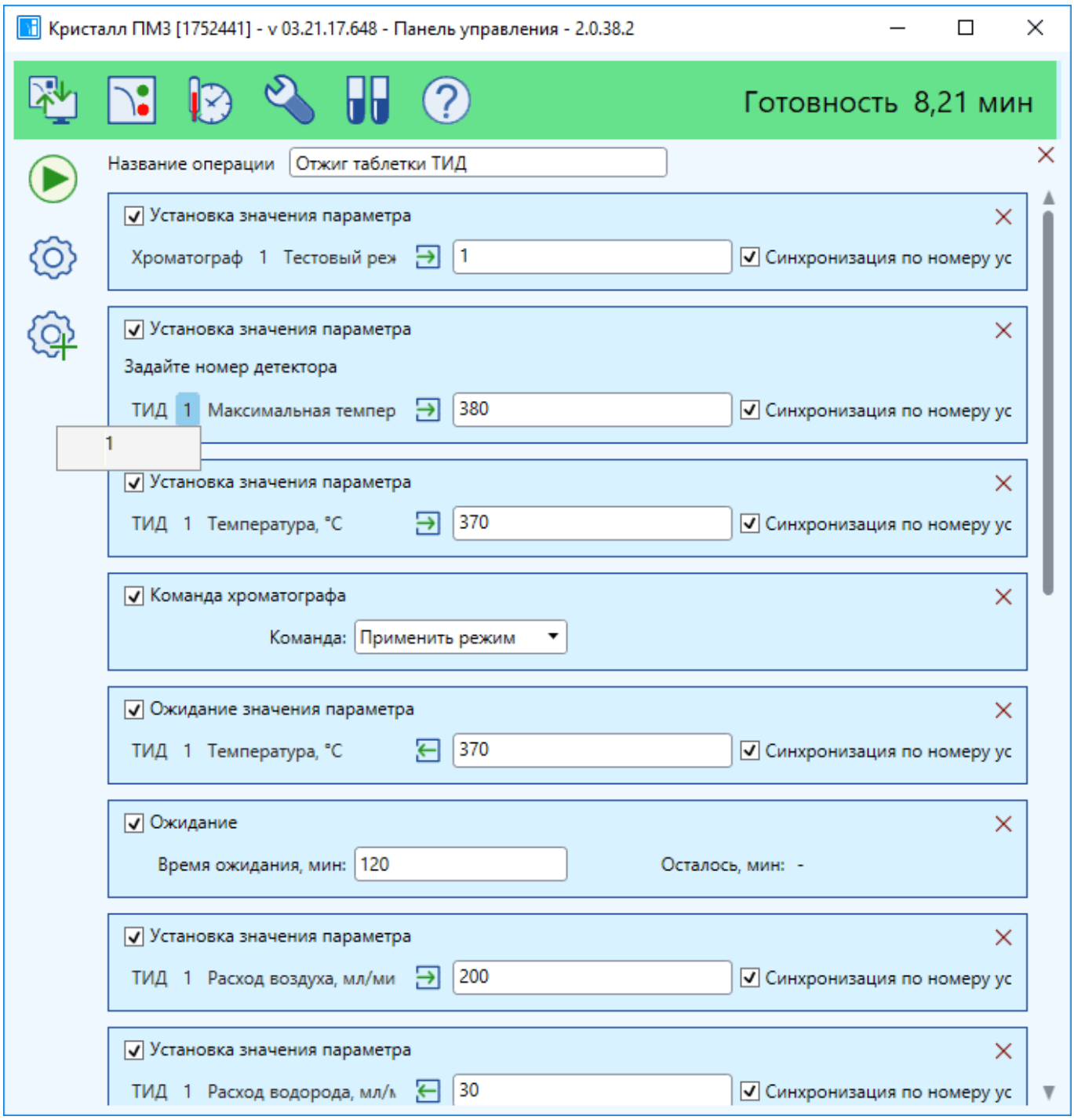


Рисунок 6.28 – Отжиг таблетки ТИД

6.5.4 Отжиг конца колонки в ПФД

Операция применяется после установки (переустановки) колонки в детекторе ПФД.

После установки колонки сигнал ПФД резко увеличивается (до нескольких тысяч милливольт) и медленно снижается до нормальных значений (0.5-10 мВ) в течение нескольких часов. Причина этого – недостаточный отжиг покрытого лаком кончика колонки, который находится внутри горелки ПФД. Кроме того, могут наблюдаться проблемы с автоматическим поджигом пламени – при выполнении проверки наличия пламени, вместо увеличения сигнала детектора наблюдается снижение. В результате автоматический поджиг пламени становится невозможен.

Для того, чтобы избежать этих проблем, после установки колонки выполните операцию отжига.



Нажмите на кнопку – **Выбрать операцию**. Выберите операцию – **Отжиг конца колонки в ПФД**.

- Задайте номер детектора.



Нажмите на кнопку – **Старт**.

- После завершения процедуры передайте хроматографу рабочий режим.

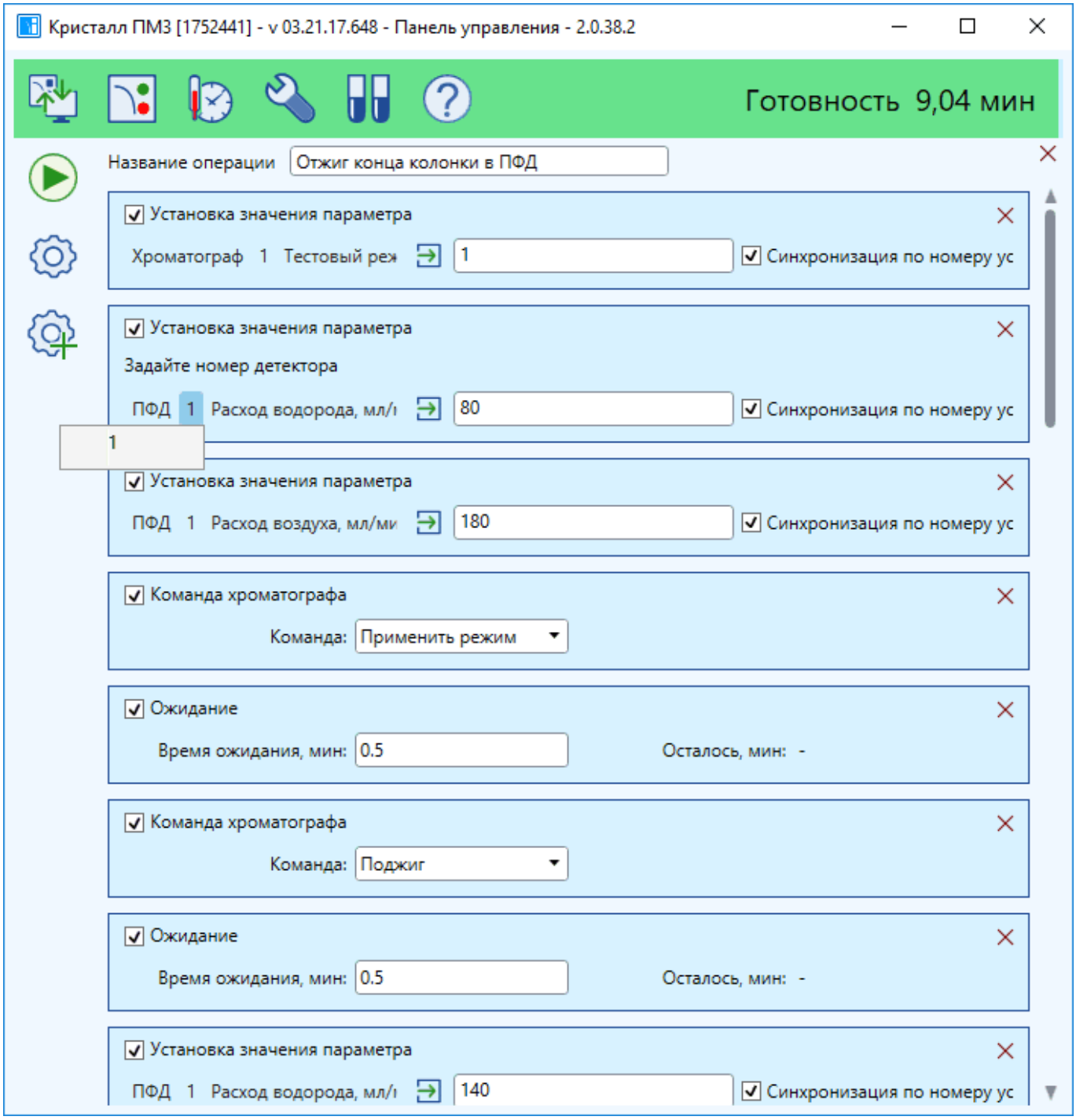


Рисунок 6.29 – Отжиг конца колонки в ПФД

6.6 Экспертные настройки

6.6.1 Включение экспертного режима

Расширенные настройки предназначены для опытных пользователей и сервис-инженеров.

Некоторые из них становятся доступны при включении специального **экспертного режима**.

Для включения экспертного режима в "Панели управления" или "Хроматэк Аналитик" – нажмите комбинацию клавиш **CTRL + ALT + F5** или **CTRL + ALT + F3**.

- Если нажатие указанных комбинаций не срабатывает (такое случается, если нажатие перехватывает другая программа), щелкните **правой кнопкой мыши** по кнопке соединения или **Хроматэк Аналитик** на рабочем столе программы "Хроматэк Навигатор".
- В появившемся контекстном меню нажмите **Запустить в экспертном режиме**.

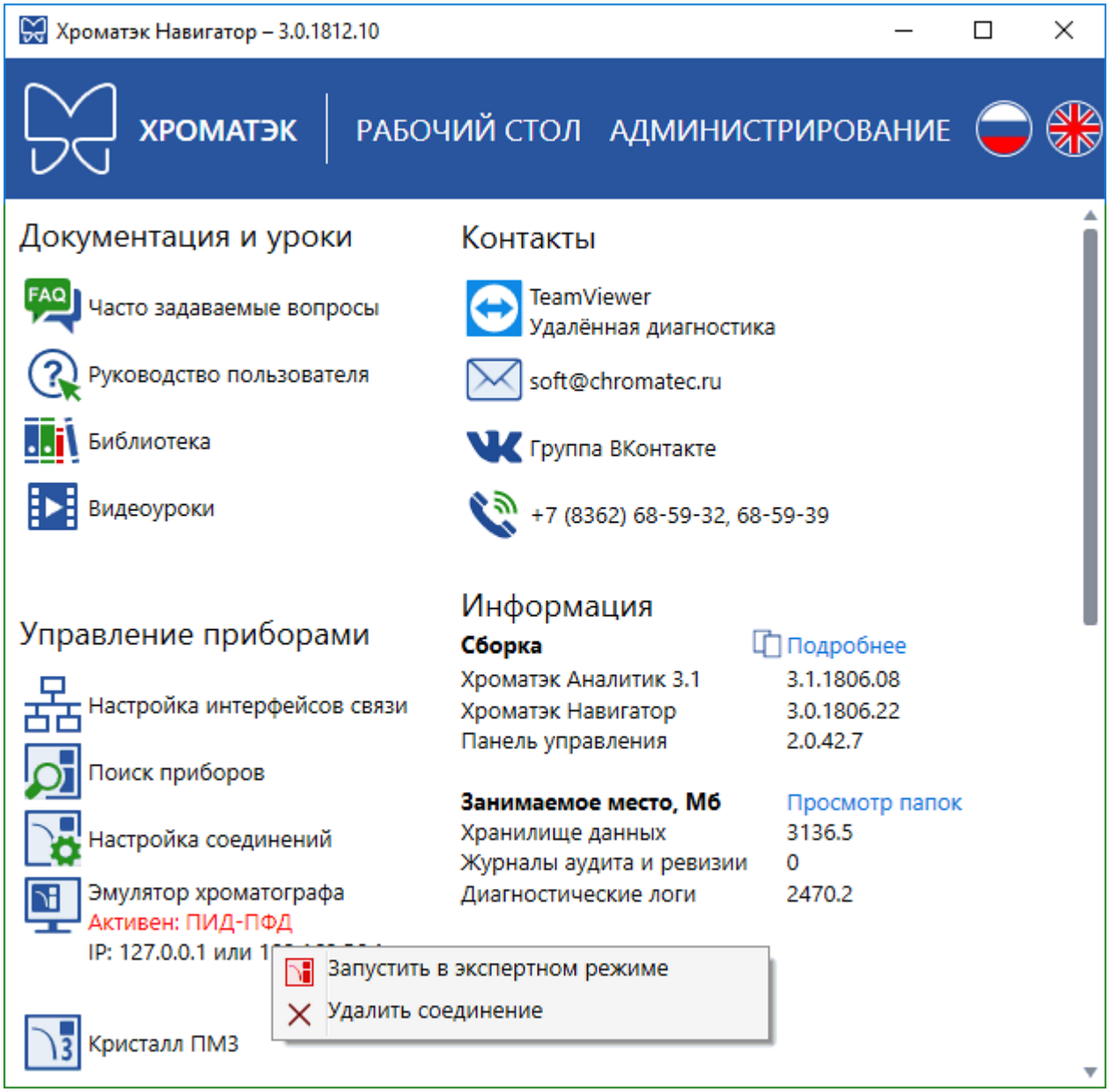


Рисунок 6.30 – Запуск соединения в экспертном режиме

В экспертном режиме на странице Состояние отображаются все параметры хроматографа (в обычном режиме они отображаются на нескольких страницах, а некоторые не показываются вообще).

На боковой панели появляется кнопка:



Принудительное переключение кранов (клапанов). При нажатии на эту кнопку появляется меню, в котором можно выбрать кран или клапан из числа установленных в приборе. Данная команда применяется сервис-инженерами в ходе проверки правильности работы газовой схемы.



В диалоге **Конфигурация** появляется закладка **Экспертные параметры** – параметры, настраиваемые производителем хроматографа или уполномоченными сервис-инженерами. Эти параметры настраиваются один раз и в дальнейшем не изменяются.

В диалоге **Конфигурация** появляется закладка **Прошивка**. Здесь можно просмотреть информацию о версиях прошивок программируемых модулей процессорного модуля (силовой модуль, газовый модуль, функциональные регуляторы, усилители, автоматические дозаторы). При необходимости можно обновить прошивки этих устройств.

6.6.2 Настройки Панели управления

В экспертном режиме на странице **Состояние** появляется закладка **Настройка**:

Размер шрифта панели инструментов. Позволяет изменить шрифт, которым выводится название и время этапа.

Показывать время в формате ЧЧ:ММ:СС. Эта опция включает отображение времени в традиционном формате, например – 12:23:45.

Корректировать частоту канала. Включение этой опции включает подбор частот диагностических каналов, чтобы исключить визуальную рассинхронизацию их с детекторными каналами на хроматограмме.

Разделить параметры метода по устройствам. Если опция выключена, все параметры режима показываются в одной группе (как в "Панели управления 1.4"). Если включена – они разделяются на группы (краны, порты ввода, колонки, термостат колонок, детекторы). Группа выбирается соответствующей кнопкой на боковой панели инструментов.

Заполнение паспорта перед анализом. Если опция включена, при переходе хроматографа на этап "Готовность" в "Панели управления" появляется форма заполнения паспорта **следующего** анализа. Данную опцию следует использовать, если информацию о пробе необходимо ввести **до старта анализа**. При традиционной работе паспорт анализа заполняется на соответствующей странице "Хроматэк Аналитик" **после** начала записи хроматограммы.

GLP. Включение режима GLP. Здесь включать данную опцию не обязательно, она является глобальной и задается в настройках "Хроматэк Навигатор".

Информировать об изменении настроек последовательности анализов. Если опция включена, то при каждом изменении настроек последовательности анализов пользователю будет выдаваться предупреждение. Изменение настроек в режиме паузы выполнения последовательности будет невозможно.

Контроль памяти. Если опция включена, то "Панель управления" следит за тем, сколько она занимает места в оперативной памяти компьютера. Когда памяти становится мало, "Панель управления" дожидается этапа **Подготовка** и перезапускается.

Обновлённый планировщик. Опция доступна начиная с "Панели управления" 2.0.1905.1500. Если она включена, будет использоваться новый вариант **Планировщика**.

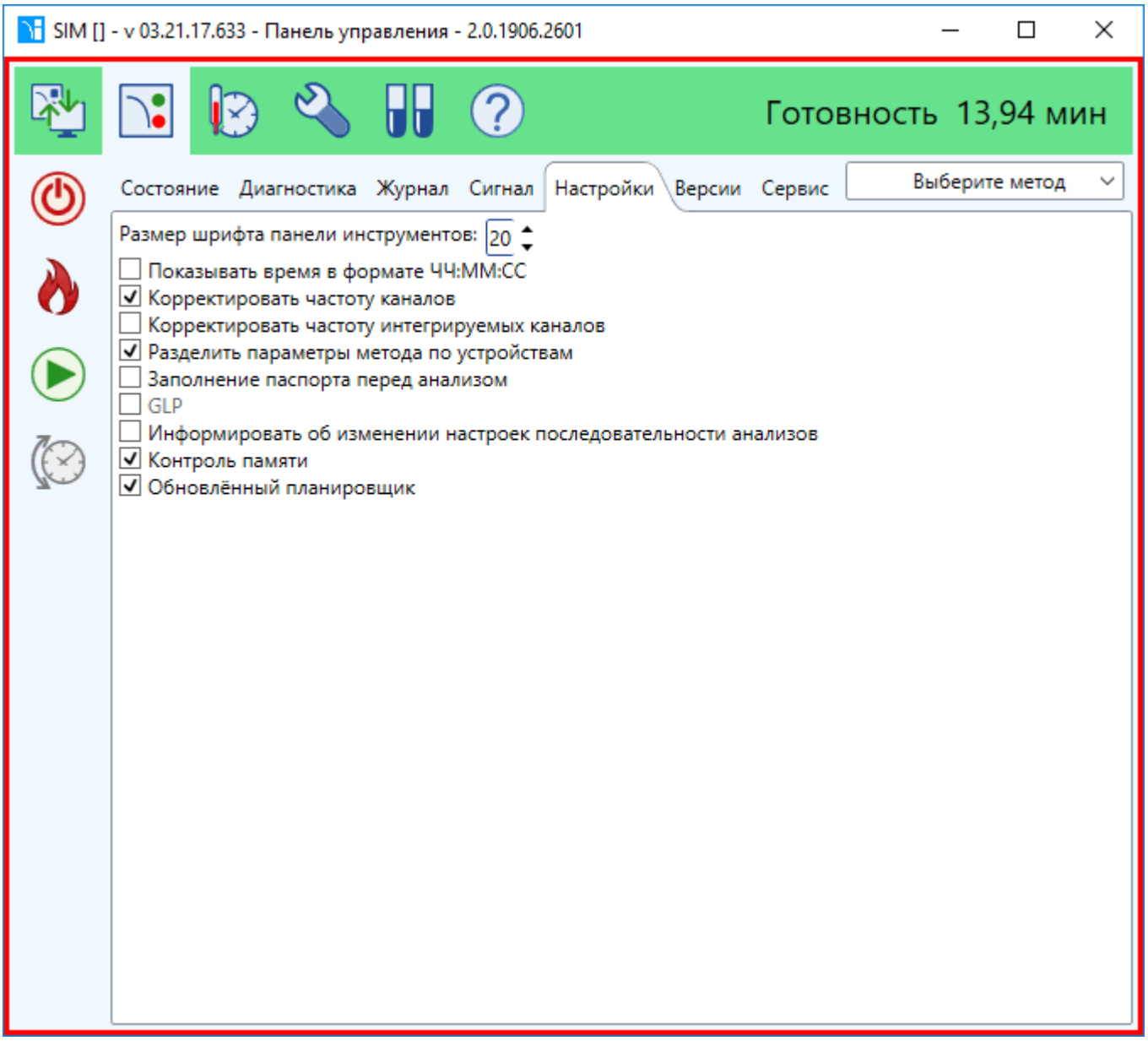


Рисунок 6.31 – Экспертные настройки "Панели управления"

6.6.3 Параметры ПМЗ

6.6.3.1 Параметры хроматографа

Задержка выхода на готовность. Время, в течение которого хроматограф проверяет стабильность достижения всеми параметрами заданных значений. По умолчанию – 20 секунд.

Количество независимых каналов. См. раздел канал старта.

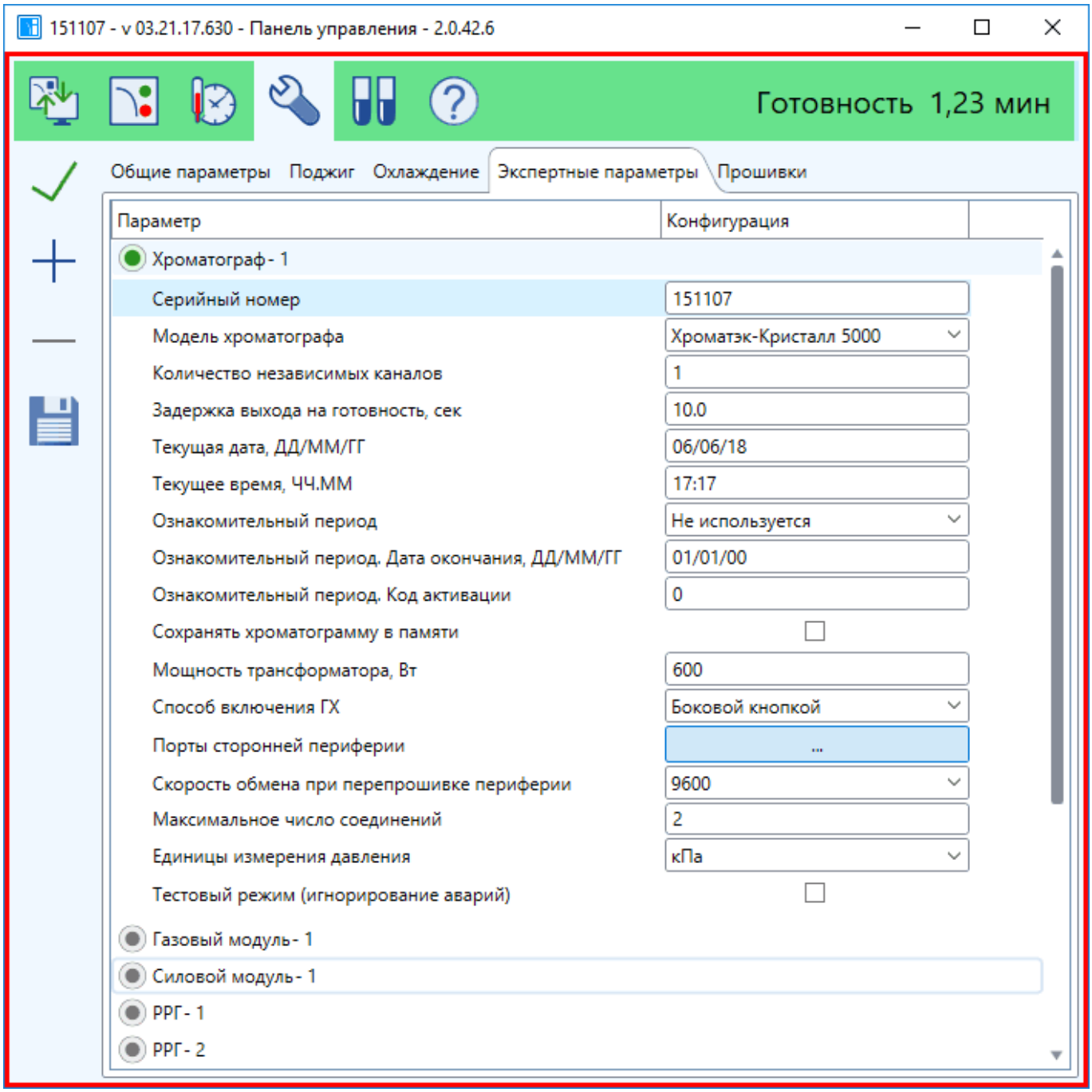


Рисунок 6.32 – Экспертные параметры хроматографа

Максимальное число соединений. По умолчанию – одно. При необходимости соединяться с данных хроматографом с нескольких компьютеров (например, с настольного ПК и планшета) это число можно увеличить.

Сохранять хроматограмму в памяти. Создание резервных копий хроматограмм на запоминающем устройстве контроллера (съемная карта памяти SD).

Тестовый режим (игнорирование аварий). Если опция включена, то программа хроматографа игнорирует все параметры вне допуска и сразу устанавливает этап "Готовность".

Единицы измерения давления. Можно выбрать кПа или psi.

Порты сторонней периферии. Здесь указывается номер порта (АД-1, АД-2 или АД-3), к которому подключено периферийное устройство стороннего производителя. В примере на рисунке ниже показано подключение мультипозиционного крана Valco.

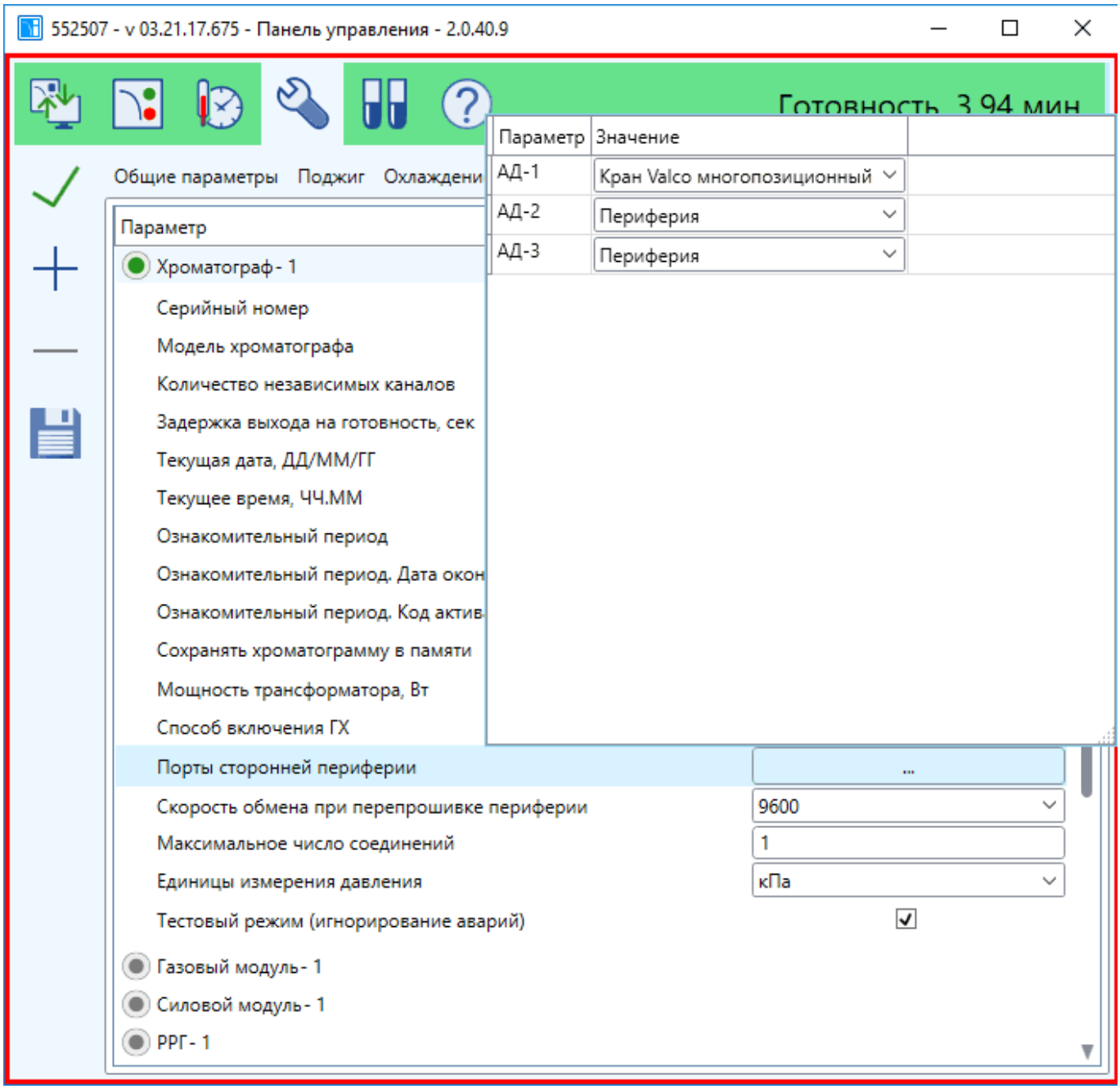


Рисунок 6.33 – Подключение сторонней периферии (мультипозиционный кран Valco)

6.6.3.2 Параметры термостатов

Контроллер ПМЗ может управлять четырнадцатью термостатами:

1-12: термостатирование детекторов, испарителей, кранов, метанаторов и т.д. Все эти термостаты универсальны. Любой из них может быть при необходимости переопределен.

Например, в хроматографе требуется установить второй метанатор. Первый метанатор занимает термостат №11. Второй метанатор устанавливается в любой из свободных термостатов. Если термостат кранов 4 отсутствует (Термостат № 10), второй метанатор можно установить на его место и в таблице термостатов указать, что термостат №10 – термостат метанатора 2. Подробнее о подключении термостатов см. руководство по эксплуатации на хроматограф.

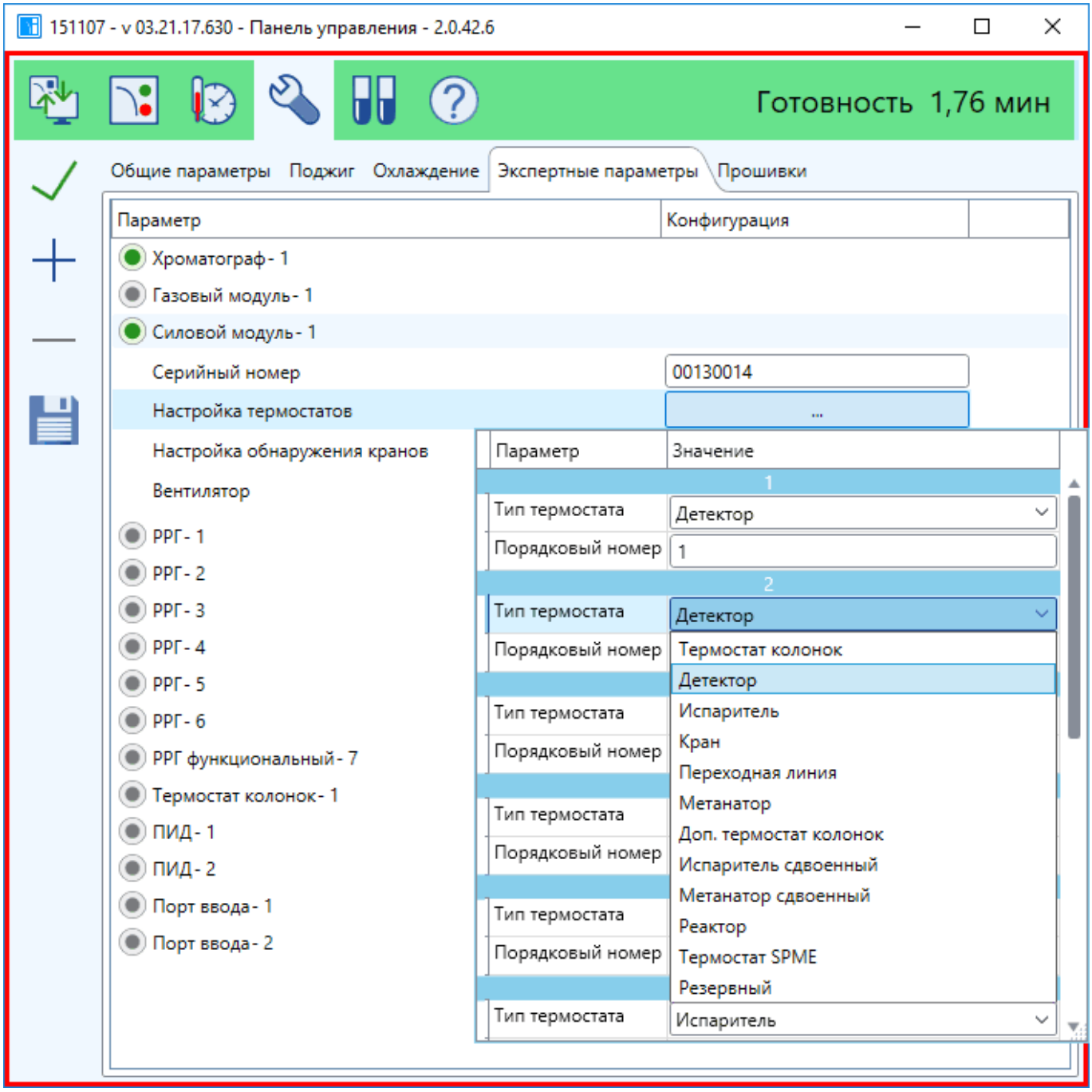


Рисунок 6.34 – Настройка термостатов

13: дополнительный датчик температуры, нагревательного канала для термостат 13 нет.

14: термостат колонок. Этот термостат по своим характеристикам отличается от термостатов 1-12 и исполняет только одну функцию – термостатирование колонок.

1. Разверните группу **Силовой модуль** и нажмите на кнопку – **Настройка термостатов**.
2. Для каждого из 12 термостатов задайте тип и порядковый номер в соответствии с подключениями на плате силового модуля.

6.6.3.3 Подключение газовых модулей

Контроллер ПМ3 позволяет подключать несколько газовых модулей, для увеличения количества каналов регулирования газов. К одному газовому модулю можно подключить 6 РРГ. Причем при использовании универсальных одноканальных РРГ (совместимых с ПМ2) количество каналов газового регулирования так же будет – шесть. А при использовании многоканальных РРГ, количество газовых каналов может доходить до восемнадцати.

В случае, если в вашем хроматографе больше шести РРГ, необходимо правильно подключить **газовые модули**.

- Откройте электронный отсек хроматографа и определите серийный номер платы газового модуля (номер написан на плате), к которому подключены РРГ с 1-го по 6-й. Например, номер – 930003.
- Далее в "Панели управления" в диалоге "Конфигурация" на закладке "Экспертные настройки" выберите группу параметров Газовый модуль-1.
- Если у "Газового модуля-1" серийный номер не совпадает с номером платы, к которой подключены РРГ 1..6, для параметра РРГ выберите значение "РРГ-7 ... РРГ-12".
- Если у "Газового модуля-1" серийный номер совпадает с номером платы, к которой подключены РРГ 1..6, для параметра РРГ выберите значение "РРГ-1 ... РРГ-6".

Если в хроматографе установлены функциональные РРГ, для них так же можно указать диапазон номеров.

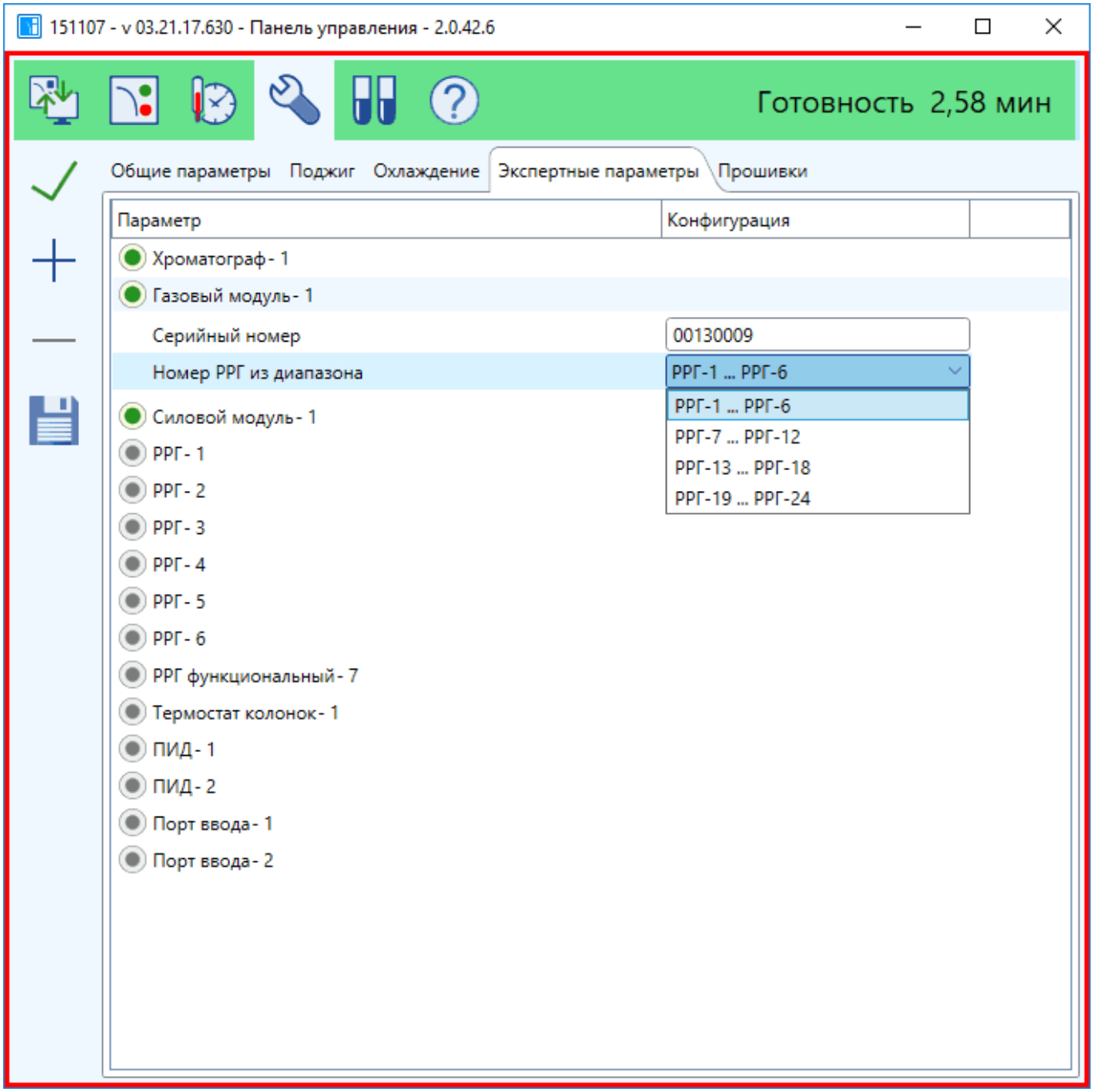


Рисунок 6.35 – Настройка газовых модулей

6.6.3.4 Настройка датчиков расхода и давления

Измеряемые регулятором расхода (давления) газа значения расхода и давления могут отличаться от реальных значений. "Панель управления" позволяет уточнить показания датчиков давления и расхода.

Настройка датчика расхода:

1. Включите последовательно с настраиваемым РРГ поверенный внешний измеритель расхода.
2. Задайте для соответствующего РРГ расход равный 0 мл/мин.
3. Измерьте внешним измерителем реальный расход. Запишите полученную величину.
4. Повторите п. 2-3 для расходов 10, 30 и 100 мл/мин.
5. Откройте диалог **Конфигурация**, перейдите на закладку **Экспертные параметры** и откройте раздел соответствующего РРГ.
6. Нажмите на кнопку **0,0 / 10,0 / 30,0 / 100,0** и в появившейся таблице укажите реальные измеренные значения для заданных расходов 0, 10, 30 и 100 мл/мин.
7. Сохраните конфигурацию.

Настройка датчика давления:

1. Подключите поверенный внешний измеритель давления таким образом, чтобы он измерял давление в той же точке, что и настраиваемый РРГ-11.
2. Задайте для настраиваемого РРГ давление, равное 0 кПа.
3. Измерьте внешним измерителем реальное давление.
4. Откройте диалог **Конфигурация**, перейдите на закладку **Экспертные параметры** и откройте раздел соответствующего РРГ.
5. В параметре **Давление. Установка нуля** задайте реальное значение давление, полученное внешним измерителем.
6. Задайте для настраиваемого РРГ максимальное давление, которое планируете устанавливать при работе с хроматографом.
7. Измерьте внешним измерителем реальное давление.
8. Определите поправочный множитель:

$$M = \frac{P_0}{P}$$

Где: P_0 – давление, измеренное внешним поверенным измерителем, P – давление, заданное для настраиваемого регулятора.

9. В диалоге **Конфигурация** на закладке **Экспертные параметры** укажите для настраиваемого РРГ значение параметра **Давление. Поправочный множитель**.
10. Сохраните конфигурацию.

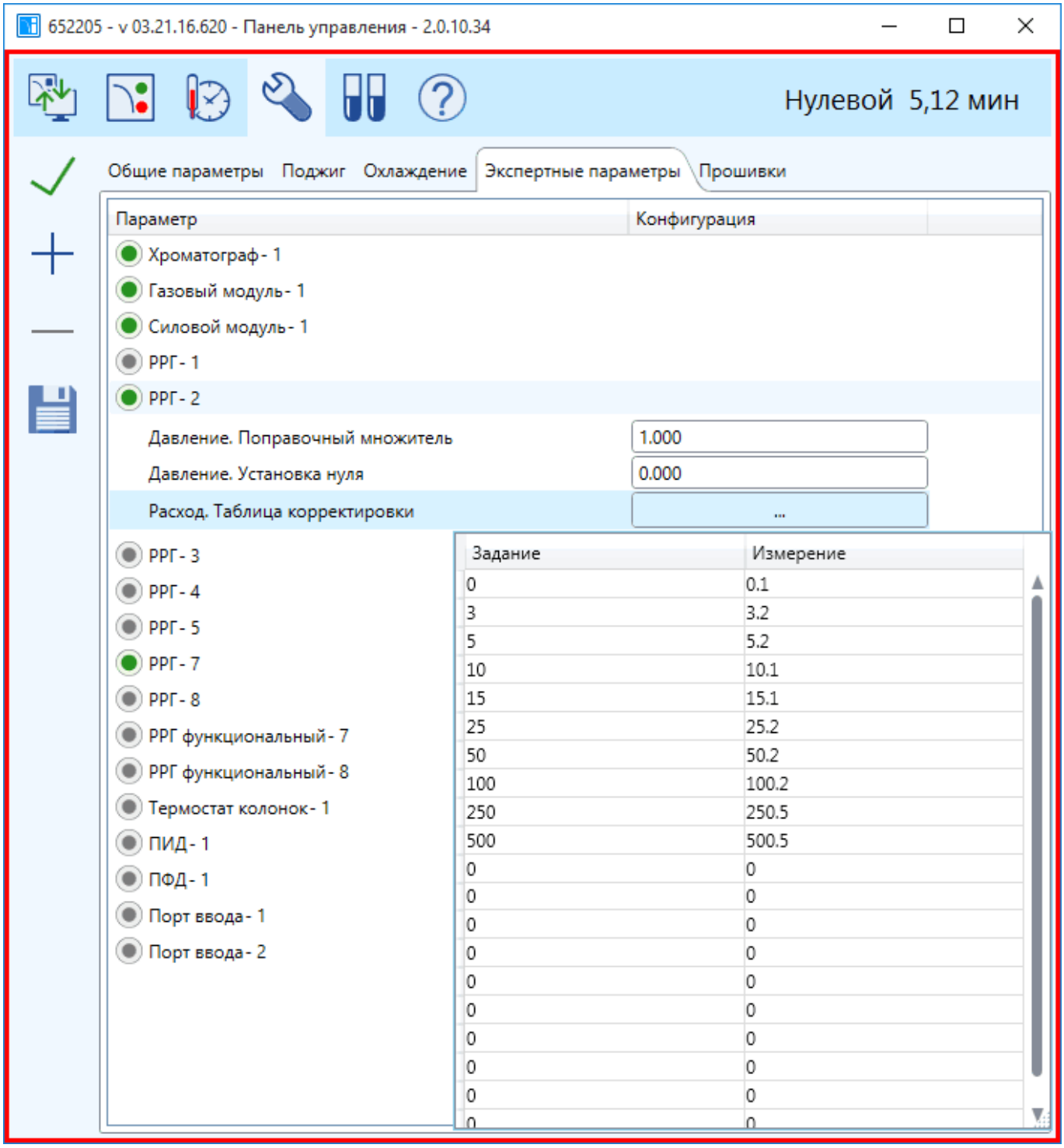


Рисунок 6.36 – Калибровка датчика расхода

6.6.3.5 Настройка портов ввода

Тип испарителя. Здесь выбирается значение – 7.x [Насадочный/Капиллярный] или 8.x [Программируемый], соответствующее модели испарителя.

Криоохлаждение. Если порт ввода оборудован системой криоохлаждения данную опцию нужно включить.

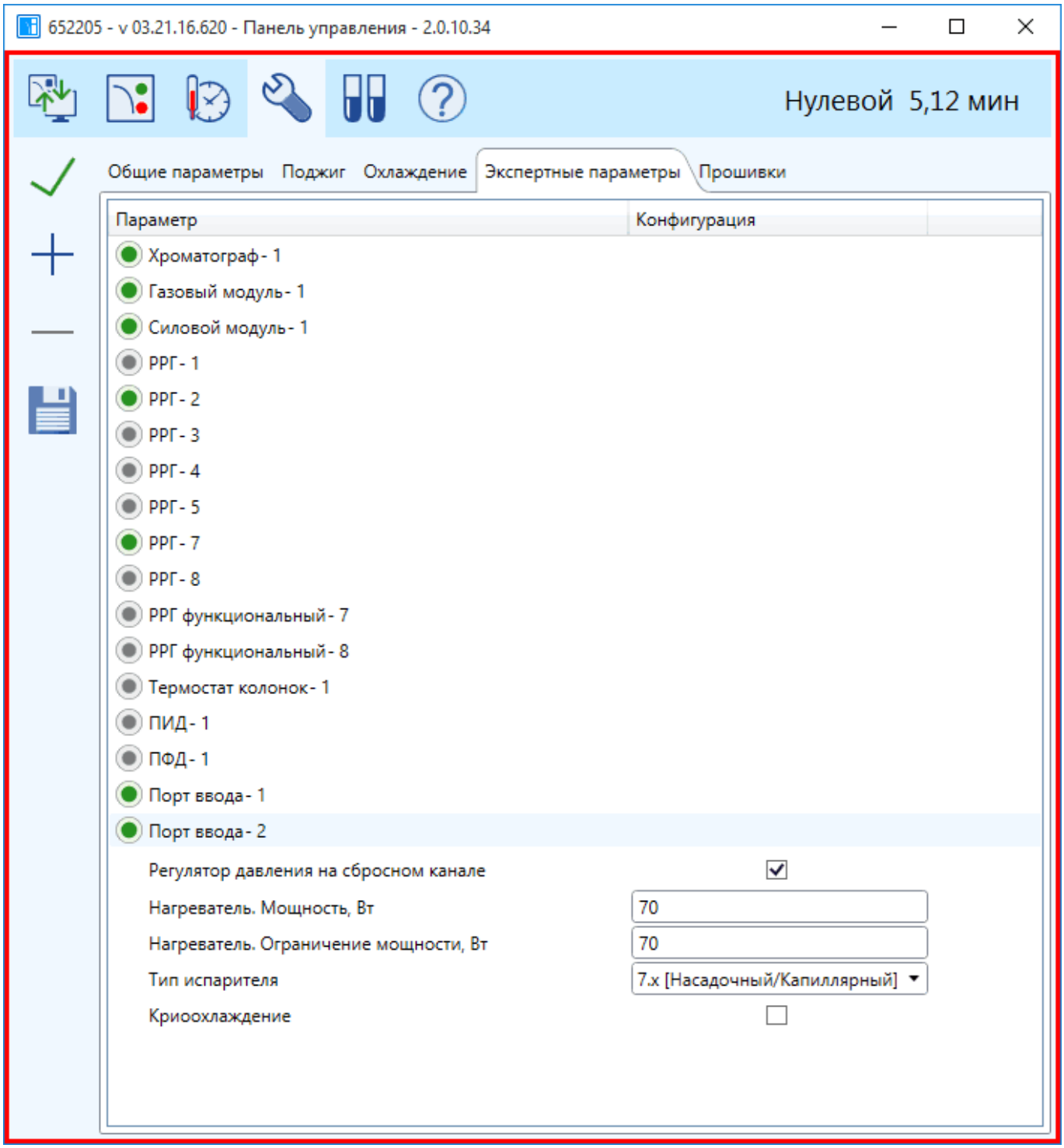


Рисунок 6.37 – Настройка порта ввода

Регулятор давления на сбросном канале. Опция должна быть включена при использовании схемы газового питания испарителя, в которой к каналу сброса пробы подключен регулятор давления РРГ-

11Б (поддерживает заданное давление на входе). К каналу газа-носителя подключается регулятор расхода РРГ-10Д.

При работе с такой газовой схемой недоступен режим без деления потока (splitless).

6.6.3.6 Настройка детекторов

Допустимый сигнал. Для каждого детектора здесь можно указать значение сигнала, при превышении которого хроматограф не будет выходить на этап "Готовность" и на закладке Сервис выдаст сообщение о необходимости провести процедуру чистки детектора. Если данный параметр равен 0, контроль допустимого сигнала не используется.

Использовать фильтрация сигнала. Если данная опция включена, записываемый во время анализа сигнал детектора будет в реальном времени подвергаться фильтрации для уменьшения уровня шумов.

Множитель расхода водорода. Если один регулятор расхода водорода подключен к двум детекторам, для данного параметра следует задать значение 2.

Множитель расхода воздуха. Если один регулятор расхода воздуха подключен к двум детекторам, для данного параметра следует задать значение 2.

Множитель расхода поддувного газа. Если один регулятор расхода поддувного газа подключен к двум детекторам, для данного параметра следует задать значение 2.

Детекторы ПИД, ТИД и ФИД имеют одинаковые усилители. Если в хроматографе установлены детекторы ТИД или ФИД, а программа по умолчанию определила наличие только детекторов ПИД, необходимо для одного из этих детекторов изменить тип усилителя.

Откройте электронный отсек хроматографа и определите серийный номер усилителя, подключенного к детектору ТИД (ФИД). Номер написан на корпусе усилителя.

Далее в "Панели управления" в диалоге **Конфигурация** на закладке **Экспертные настройки** выберите интересующий детектор и измените тип и порядковый номер его усилителя.

6.6.3.7 Настройка кранов

Не возвращать в исходную позицию. Обычно, независимо от количества заданных в режиме переключений крана, по окончании анализа он возвращается в начальное положение, заданное в общих настройках конфигурации. Однако в некоторых газовых схемах любое переключение крана с двумя дозирующими петлями приводит к вводу пробы в колонку из одной из этих петель. Для функционирования такой схемы данную опцию следует включить.

Если в хроматографе присутствует автоматический кран, но хроматограф его наличие не определил, необходимо настроить параметры обнаружения вручную. Нажмите на кнопку – **Настройка обнаружения кранов**.

6.6.4 Параметры ПМ2

6.6.4.1 Настройки нагревателей

Для нагревателей доступны настройки:

Тип нагревателя. Параметр сообщает программе хроматографа, как следует управлять нагревом термостата, в котором установлен данный нагреватель.

Детектор. Параметр появляется, если **Тип нагревателя = Детектор**. Здесь следует указать тип установленного на нагревателе детектора.

Кран-дозатор. Параметр появляется, если **Тип нагревателя = Кран-дозатор**. Здесь следует указать тип установленного на нагревателе крана-дозатора.

Аналогичный параметр добавляется для крана-переключателя.

Мощность, Вт. Параметр определяется конструкцией нагревателя. менять его на произвольное число нельзя. При замене нагревателя обратитесь за консультацией к разработчику.

Сопротивление, Ом. Параметр определяется конструкцией нагревателя. Менять его на произвольное число нельзя. При замене нагревателя обратитесь за консультацией к разработчику.

При ограничении мощности снижается максимальная скорость нагрева термостата.

6.6.4.2 Настройка газов

Компенсация, мл/мин. Здесь задается значение расхода, измеренное газовым регулятором при заданном расходе 0 мл/мин.

6.6.4.3 Настройка кранов

Возврат в начальную позицию. Если эта опция включена, кран после окончания анализа будет возвращаться в начальную позицию. В некоторых газовых схемах любое переключение крана с двумя дозирующими петлями приводит к вводу пробы в колонку из одной из этих петель. Для функционирования такой схемы данную опцию следует выключить.

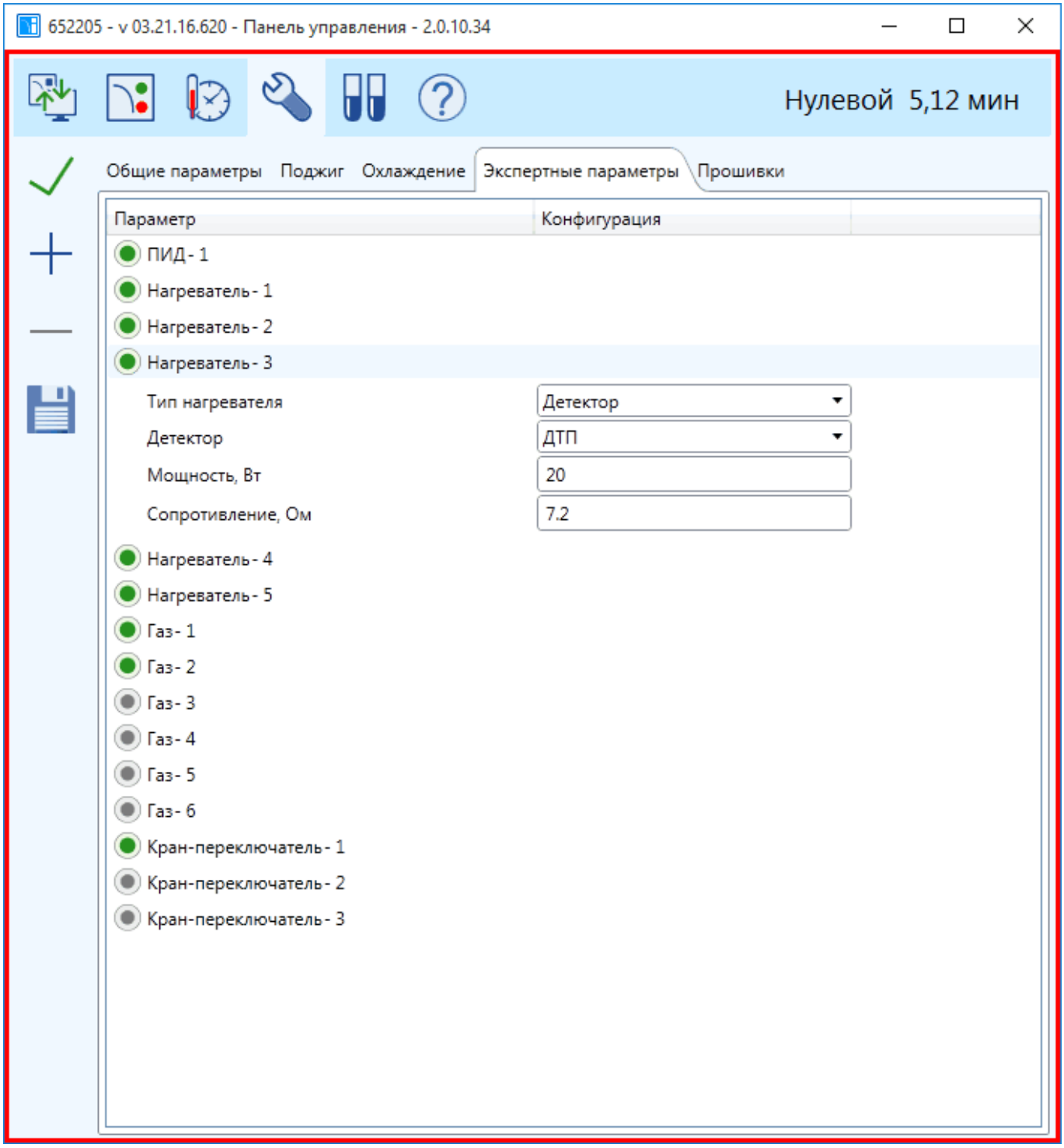


Рисунок 6.38 – Параметры нагревателя

6.7 Обновление прошивок



Включите экспертный режим для "Панели управления". Нажмите кнопку **Конфигурация**. Перейдите на закладку **Прошивки**. На данной закладке вы можете просмотреть версии прошивок и при необходимости загрузить обновления.

6.7.1 Обновление главной прошивки хроматографа

Главная прошивка ПМ3 представляет собой файл **image.pm3**, который может быть загружен в прибор двумя способами:

- с компьютера;
- со сменного устройства USB-флэш.



Загрузка с USB-флэш предпочтительна, поскольку выполняется быстрее. Для подготовки к перепрошивке скопируйте файл прошивки image.pm3 в корневой каталог USB-флэш. Установите USB-флэш в соответствующий разъем на задней стенке хроматографа.

- Включите опцию Разрешить загрузку прошивки.
- Нажмите кнопку **Загрузить** прошивку, расположенную справа от названия модуля, в котором вы хотите обновить прошивку.

Программа проверяет наличие подключенного к хроматографу сменного устройства USB-флэш. Если устройство USB-флэш, с записанным на него файлом прошивки image.pm3, не подключено к хроматографу, появляется диалог, предлагающий открыть файл прошивки с диска. После выбора файла начинается загрузка прошивки в хроматограф.

Если в момент загрузки прошивки пропадет электрическое питание хроматографа, то после его восстановления автоматически запустится резервная программа. При этом все светодиоды на передней панели хроматографа будут мигать.

После запуска резервной программы, оператор может повторить попытку перезаписи прошивки. Конфигурация хроматографа, настроенная ранее, сохраниться.

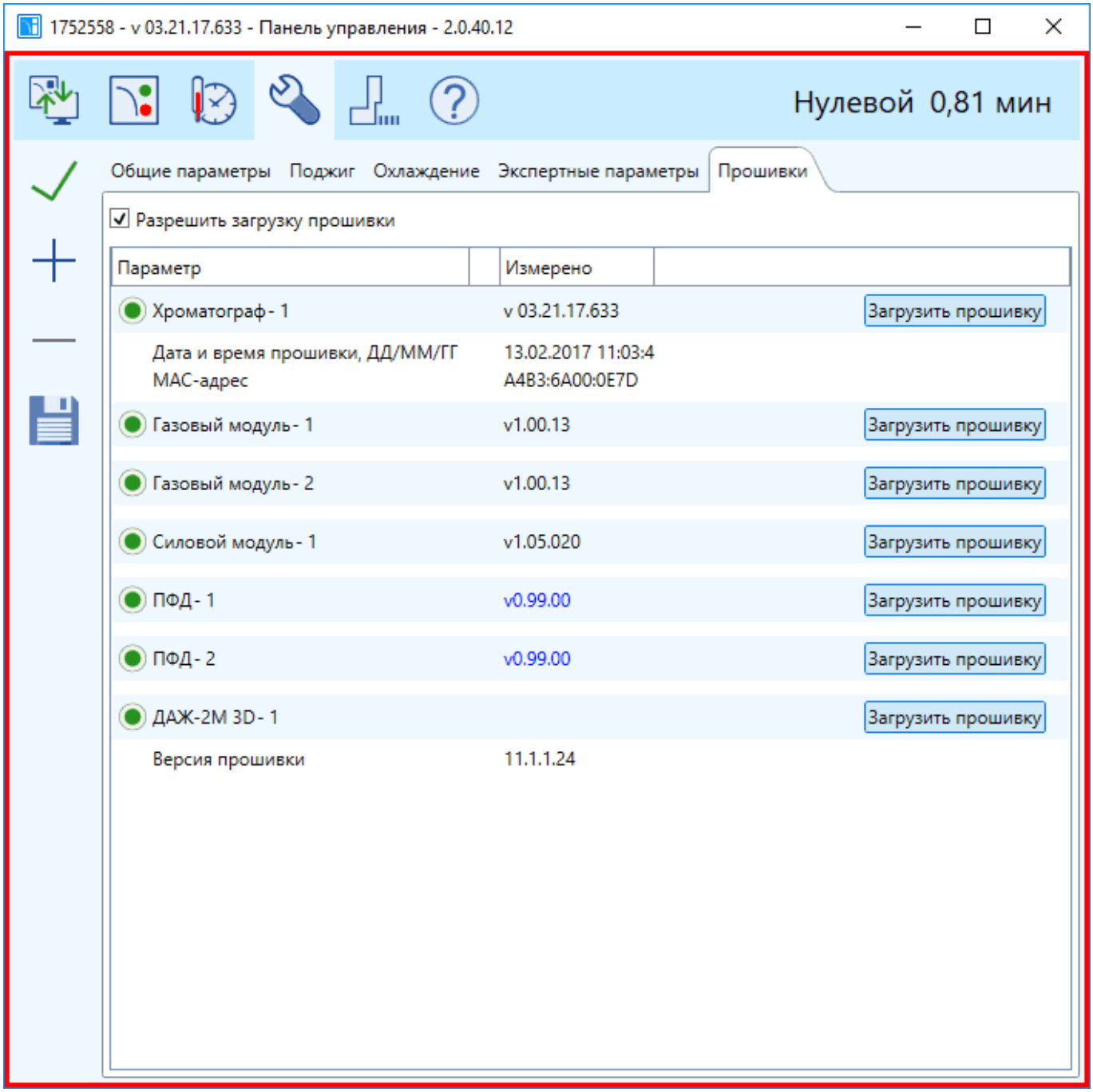


Рисунок 6.39 – Информация по прошивкам

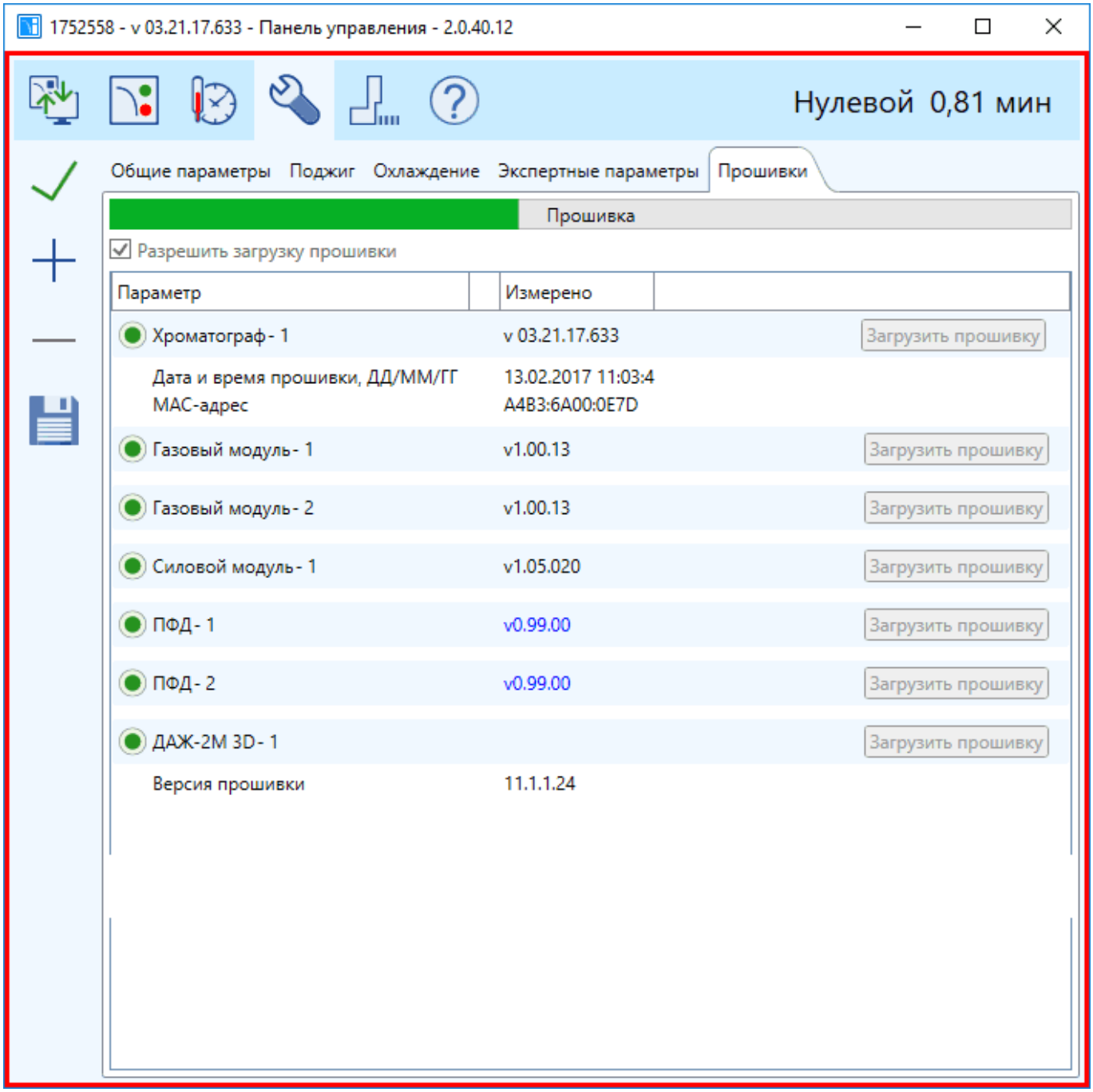


Рисунок 6.40 – Обновление прошивки

6.7.2 Обновление прошивки дозатора ДАЖ-2М

Файл прошивки дозатора не нужно записывать на USB-флэш. Его можно загрузить непосредственно с компьютера.

В остальном процедура обновления аналогична описанной для хроматографа (см. выше).

Прошивки дозаторов расположены на установочном диске в папке **firmware\Autosampler**

При нажатии на кнопку **Загрузить прошивку** появится диалог выбора файла. Выберите файл с расширением ***.cdp**.

Начнется процесс отправки прошивки хроматографу, он занимает несколько секунд.

Далее "Панель управления" предложит выключить и снова включить дозатор. После того, как вы сделаете это, начнется процесс собственно прошивки.

Если вы пытаетесь загрузить прошивку, несоответствующую конструктиву дозатора, на "Панели управления" в течение некоторого времени (около 30 секунд) мигает надпись "Включите и выключите дозатор", после чего появляется надпись "**Прошивка не завершена**".

Важно выбрать правильный файл прошивки, зависящий от конструктива дозатора. Номер версии состоит из четырех цифр: **A**.**B**.**C**.**D**.

Вы можете загрузить в дозатор только ту прошивку, у которой совпадают с текущей три первые цифры версии (**A**.**B**.**C**.).

Например, текущая версия – AS-3D.11.3.1.03.rus.cdp. Вы можете заменить её на версию AS-3D.11.3.1.05.rus.cdp. Если вы попытаетесь заменить её на версию AS-3D.11.3.2.05.rus.cdp, дозатор эту прошивку не примет (его поведение при этом описано выше).

В таблице ниже приведена расшифровка версии файла:

Таблица 6.1 – Расшифровка версии прошивки дозатора

Секция версии	**Что означает**	**Версия**	**Описание**
A	Тип дозатора	11	ДАЖ-2М 3D
		12	ДАЖ-2М 3D Парофазный
B	Конструктив дозатора	1	ДАЖ-2М 3D с лотком 78 виал
		2	ДАЖ-2М 3D, универсальная платформа на 150 виал (для типа дозатора 12 аналогичный конструктив имеет версию 1)
		3	Изменение типа ремней приводов (для типа дозатора 12 аналогичный конструктив имеет версию 2)
C	Версия платы	1	Плата на драйверах L6208
		2	Плата на драйверах TMC2130
D	Внутренняя программа		

6.7.3 Обновление прошивки термодесорбера автоматического

Включите экспертный режим.

Перейдите на страницу **Планировщика**.

Выберите термодесорбер.

Добавьте в список анализов новую строку.

- Выделите эту строку.
- Перейдите на закладку **Конфигурация ТДА**.

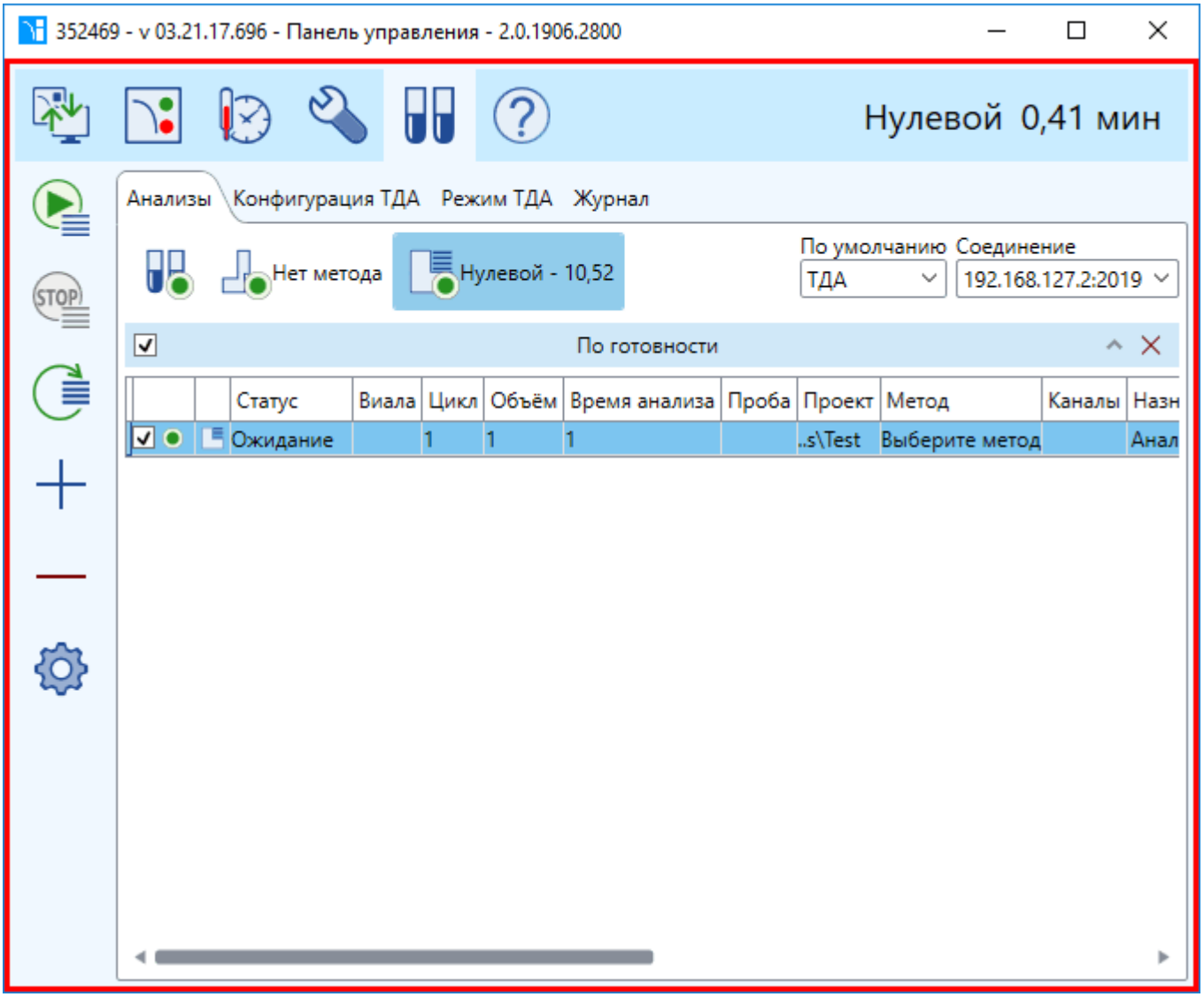


Рисунок 6.41 – Обновление прошивки ТДА

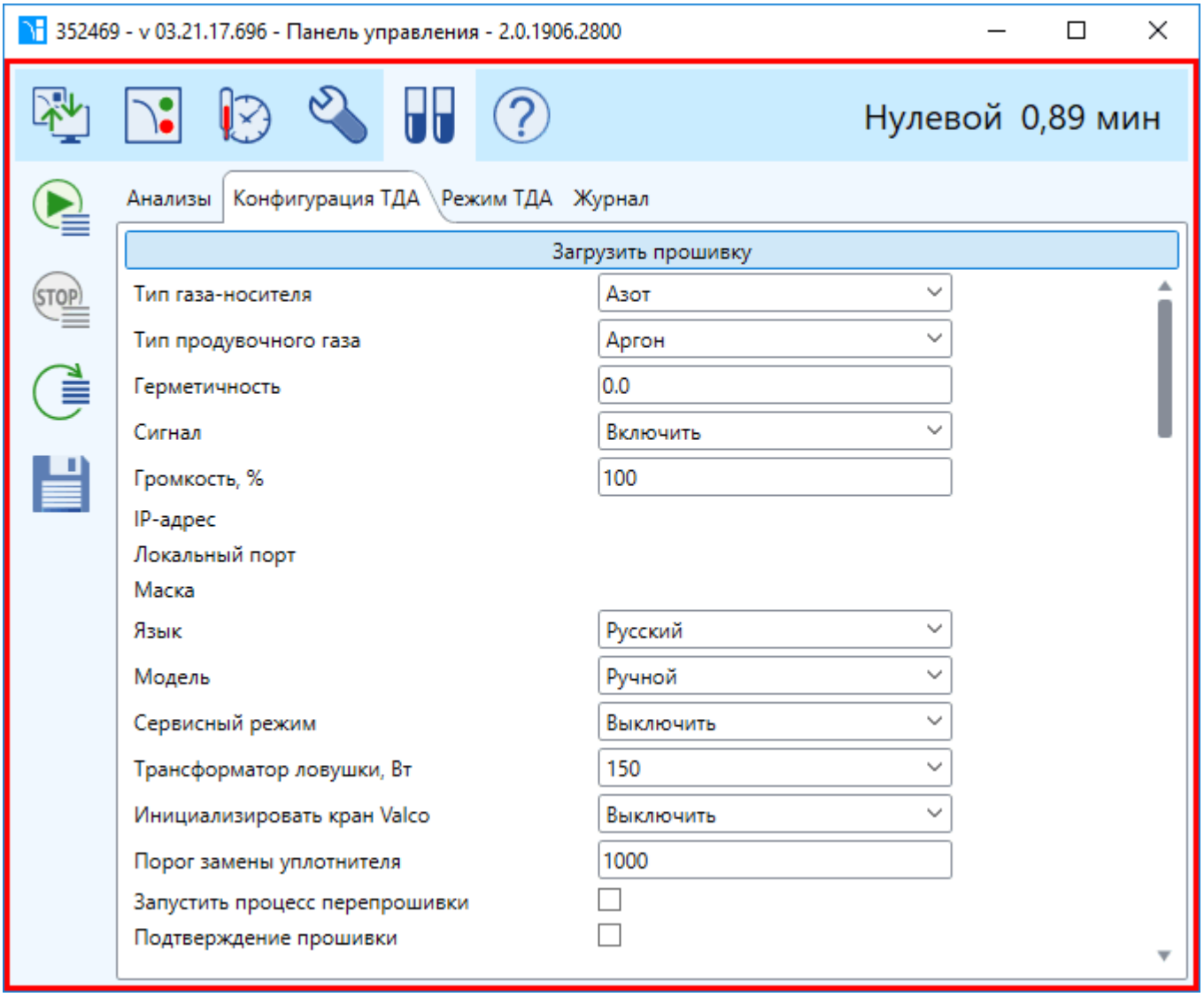


Рисунок 6.42 – Обновление прошивки ТДА. Запуск процедуры

- Нажмите на кнопку **Загрузить прошивку** и выберите файл прошивки.
- В появившемся диалоге подтвердите или измените серийный номер термодесорбера.
- Нажмите **ОК**.
- Ожидайте завершения процедуры.

Далее зайдите в меню термодесорбера **Система/Версия** (на его сенсорном экране) и для запроса **Подтвердить прошивку** выберите **Да**.

Либо просто **не выключайте** термодесорбер в течение не менее 5 минут. Иначе после выключения/включения термодесорбера потребуется повторная загрузка прошивки.

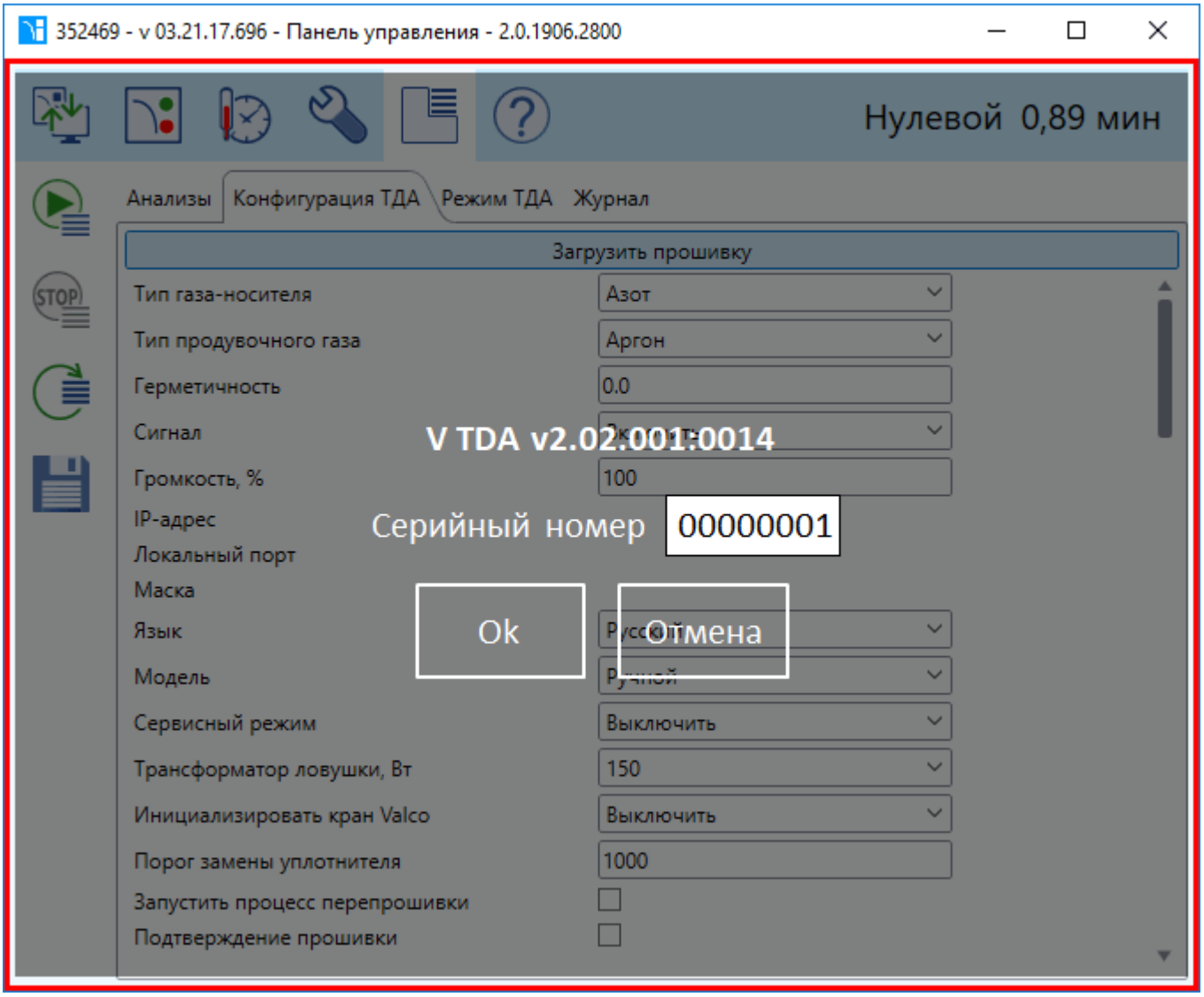


Рисунок 6.43 – Обновление прошивки ТДА. Серийный номер

6.7.4 Обновление прошивки термодесорбера двухстадийного

- Подключите термодесорбер к разъёму AUX-1 хроматографа с помощью кабеля RS-232-25/25.
- Запустите программу **Панель управления**.
- Включите экспертный режим, нажав комбинацию клавиш **CTRL + ALT + F3**.
- Перейдите на страницу **Конфигурация**.
- Перейдите в закладку **Экспертные параметры**.
- Выберите Скорость обмена при перепрошивке периферии – 19200.
- Перейдите в закладку **Прошивки**.
- Поставьте галочку Разрешить загрузку прошивки.
- В строке Термодесорбер нажмите кнопку Загрузить прошивку.
- В открывшемся диалоге выберите файл с прошивкой ***.cdp**.
- После загрузки прошивки выключите и включите термодесорбер.
- Дождитесь окончания обновления прошивки.

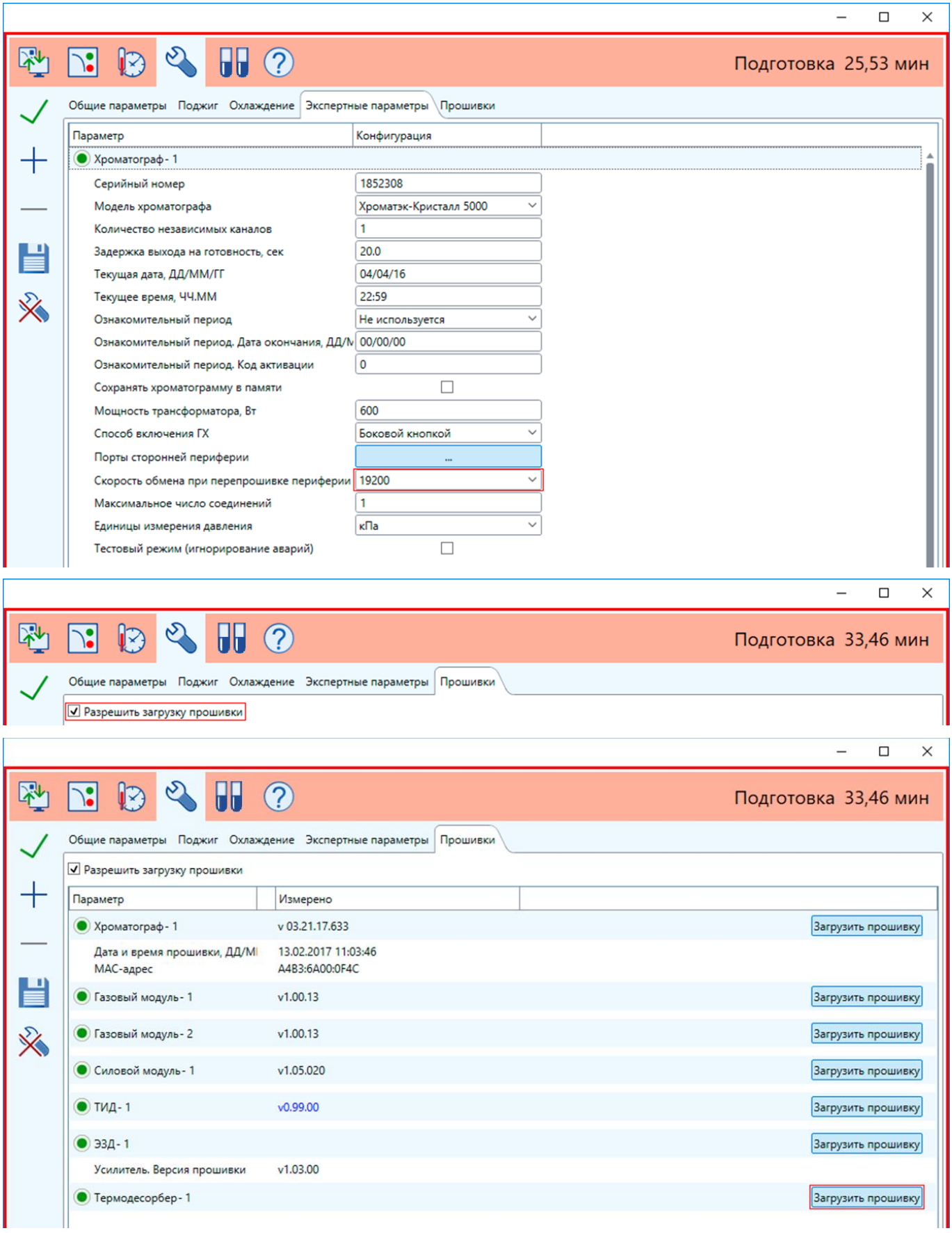


Рисунок 6.44 – Обновление прошивки термодесорбера двухстадийного

6.7.5 Обновление режимов хроматографа

Если вы обновили прошивку хроматографа с ПМ3 до версии 03.21.16.596 или выше, то методы, созданные при работе с прошивками предыдущих версий, будут загружаться в хроматограф некорректно из-за изменений в хранении некоторых параметров режима хроматографа.

Для восстановления работоспособности методов, воспользуйтесь конвертером:

- Нажмите на кнопку **Корректор режимов ПМ3** на рабочем столе "Хроматэк Навигатор".
- Выберите методы, которые необходимо конвертировать.
- Нажмите на ссылку Корректировать режимы хроматографов в выбранных методах.

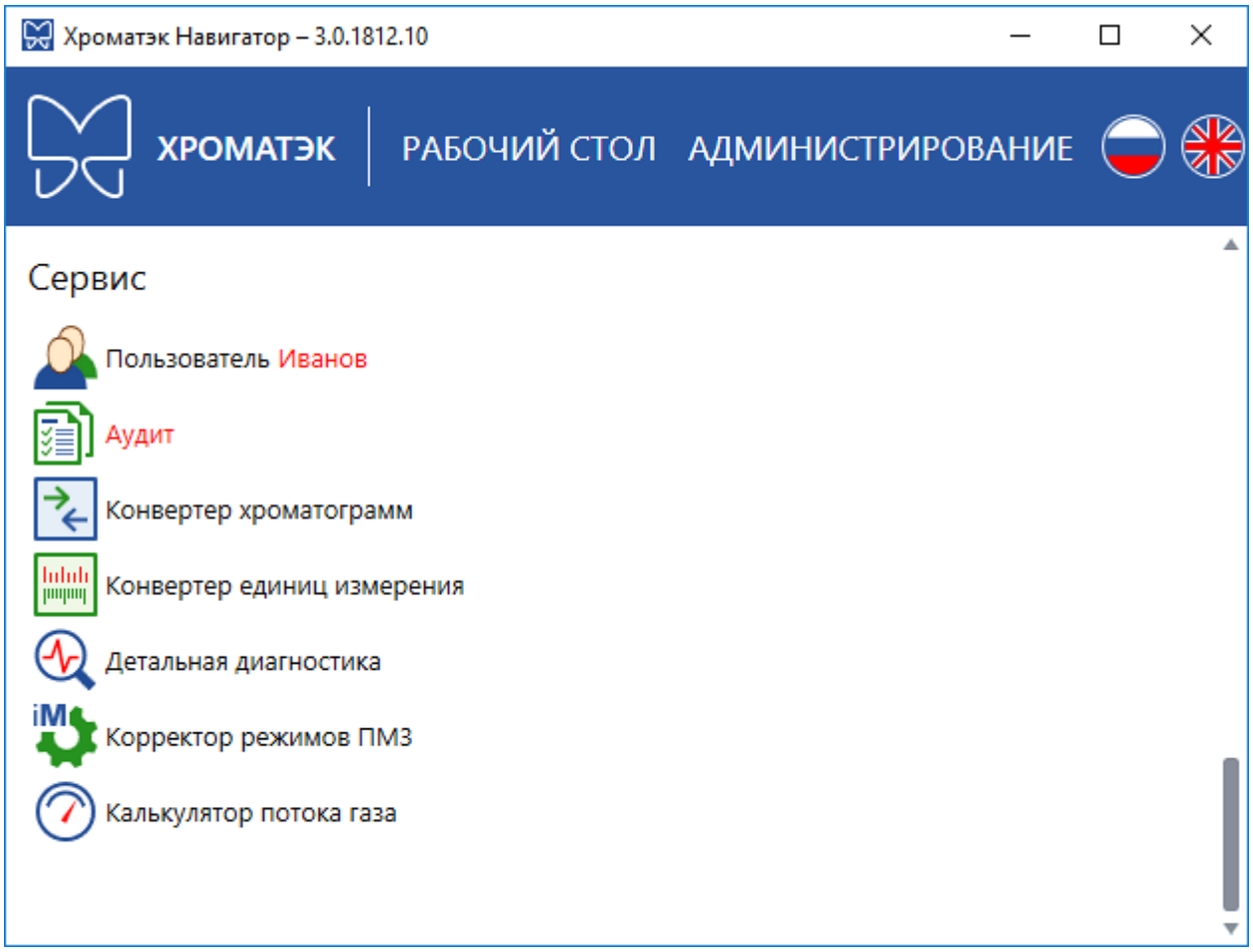


Рисунок 6.45 – Запуск корректора методов ПМ3

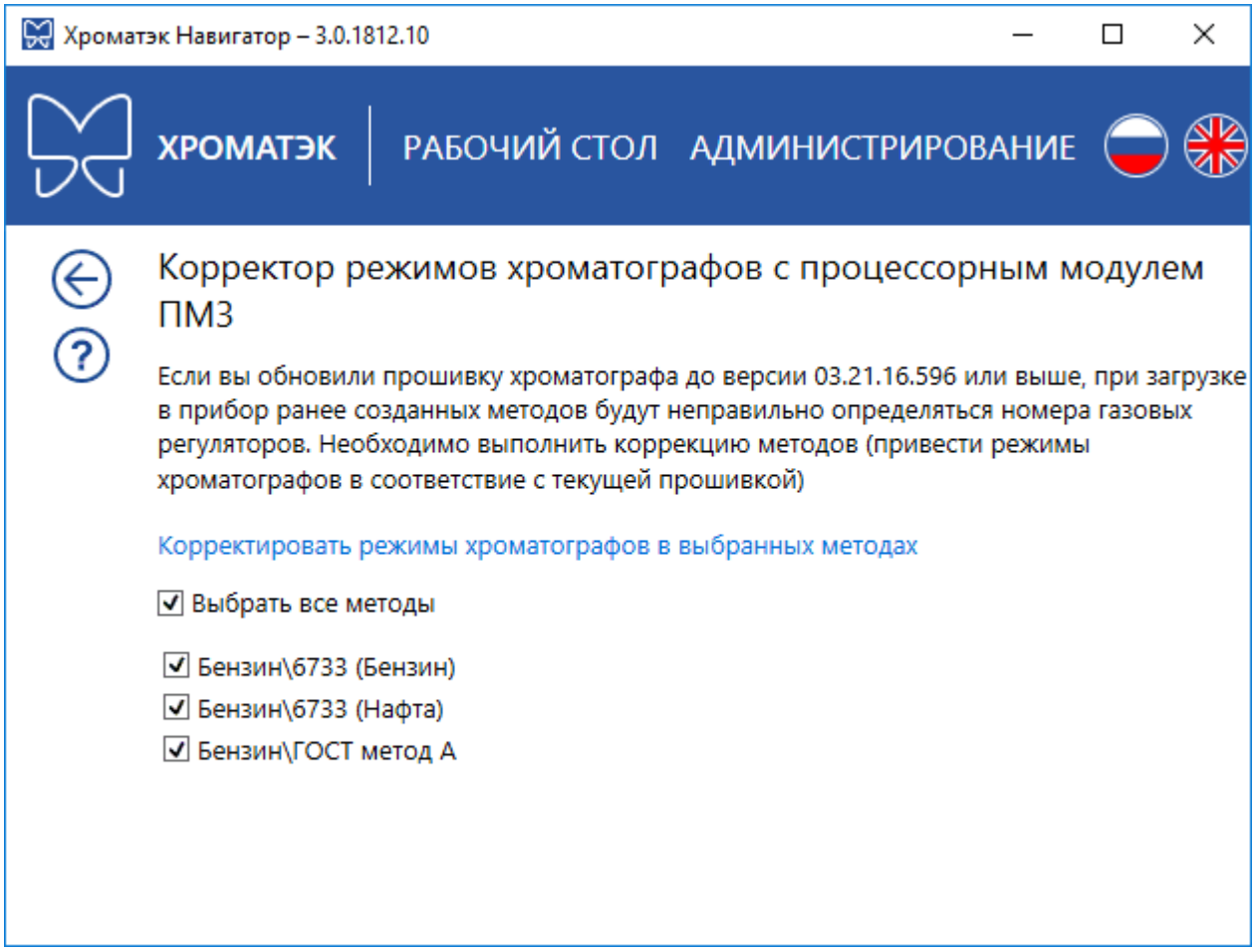


Рисунок 6.46 – Корректировка методов ПМЗ

6.8 Обновление программ

Если ваш компьютер подключен к Интернет, "Хроматэк Навигатор" будет проверять наличие обновлений программного обеспечения на сайте СКБ "Хроматэк".

Когда обновление будет обнаружено, на рабочем столе появится кнопка с сообщением:

 Доступно обновление "Хроматэк Аналитик".

Нажмите на эту кнопку, чтобы перейти на страницу просмотра информации об изменениях в доступной версии ПО. На этой странице выберите установочный пакет:

- Полная версия (рекомендуется).
- Пакет обновления (можно выбрать, если у Вас установлен "Хроматэк Аналитик 3.1").

Скачайте установочный пакет (файл ***.exe**)

Выполните стандартную установку.

Если не хотите устанавливать обновление, просто игнорируйте сообщение.

При любых сомнениях в целесообразности установки обновления рекомендуется обратиться в службу технической поддержки пользователей.

Программа "Панель управления", начиная с версии 2.0.21.7 может загружать методы, созданные при работе с "Панелью управления" 1.4.x.x.

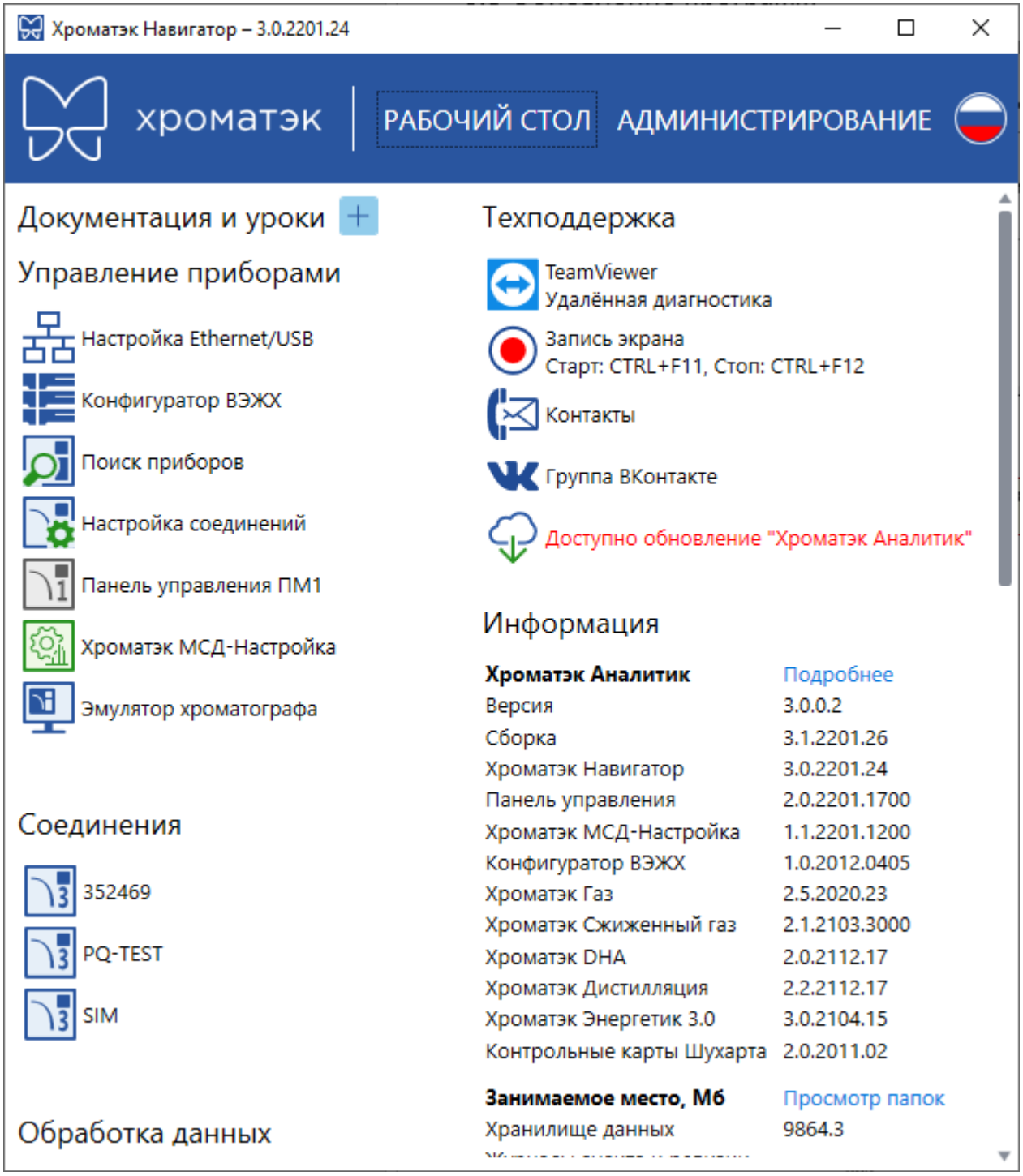


Рисунок 6.47 – Обновление "Хроматэк Аналитик"

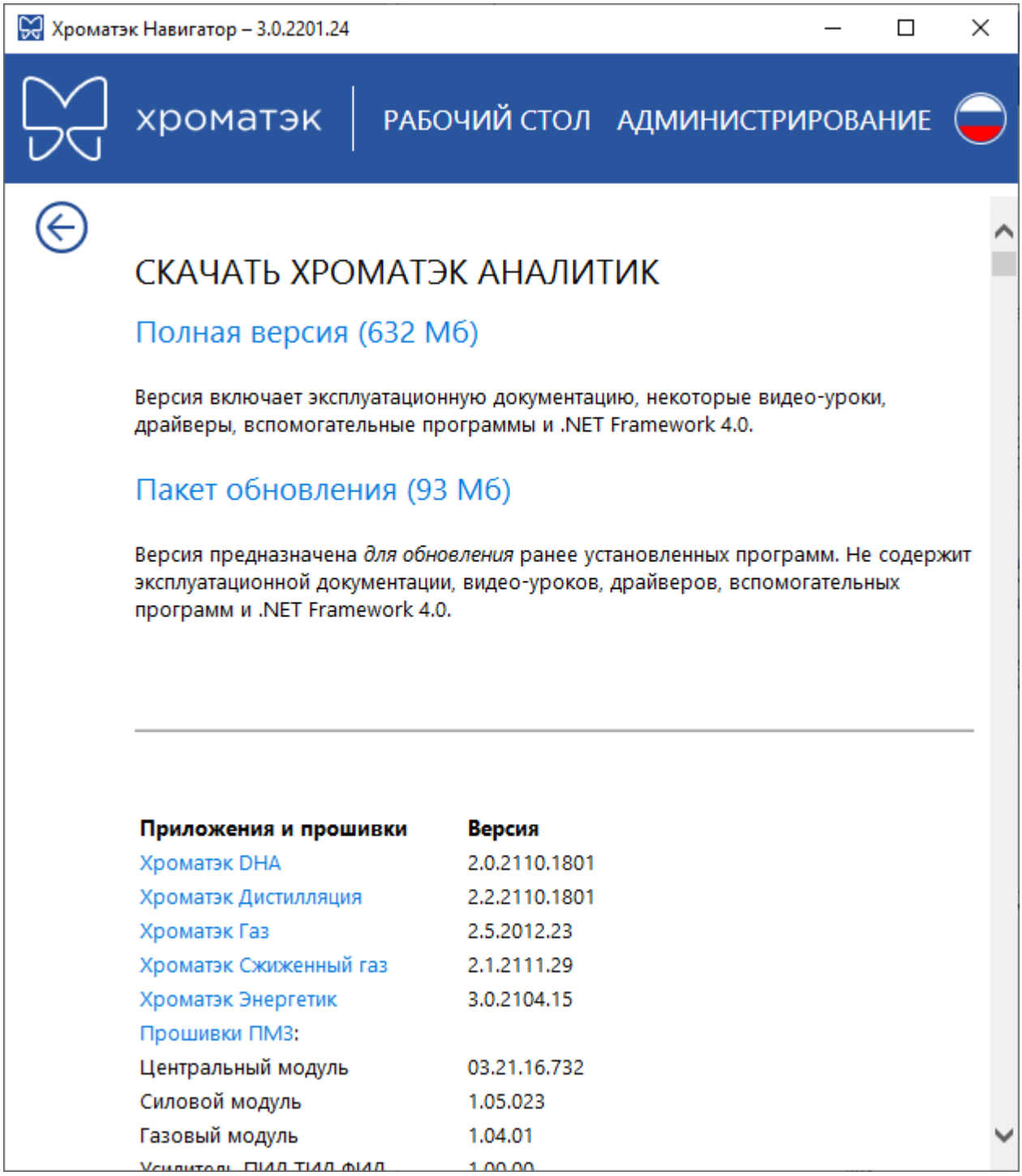


Рисунок 6.48 – Страница загрузки программного обеспечения

6.9 Валидация оборудования и программного обеспечения

Средством измерения является аппаратно-программный комплекс на базе хроматографа "Хроматэк-Кристалл", в состав которого входит "Хроматэк Аналитик". Поэтому отдельной сертификации программного обеспечения не проводится.

6.9.1 Идентификация ПО и защита от изменений

Программа обработки хроматографической информации "Хроматэк Аналитик" состоит из исполняемого файла **Analytic3.exe** и динамически-подключаемых библиотек (DLL). Библиотеки содержат:

- Пользовательский интерфейс и логику работы (метрологически неконтролируемая часть ПО).
- Расчётные функции (метрологически значимая часть ПО).

В состав метрологически значимой части ПО входят файлы:

Таблица 6.2 – Метрологически значимая часть ПО

Модуль	Версия	Хэш-код
Analytic3Core.dll	3.0.0.2	183CFADACAE18722407391647 95EBCB4
AnlCheckup.dll	2.6.0.9	B55A8EF086260598CB47893E25A34799
AnlProcess.dll	2.6.0.12	A835256EF0906DF0E8AB691FE4AC42DA

Однозначная идентификация ПО производится путем определения хэш-кода защищенных модулей по алгоритму **MD5** и версий файлов.


Запустите программу "Хроматэк Навигатор".

- Перейдите в раздел **Администрирование**.
- Раскройте группу параметров **Валидация**.
- Чтобы создать отчёт, нажмите на ссылку **Отчёт по контрольным суммам**.

"Хроматэк Навигатор" сравнивает значения контрольных сумм метрологически значимых модулей с эталонными значениями. При совпадении соответствующая строка выделяется зеленым цветом. При несовпадении, красным.

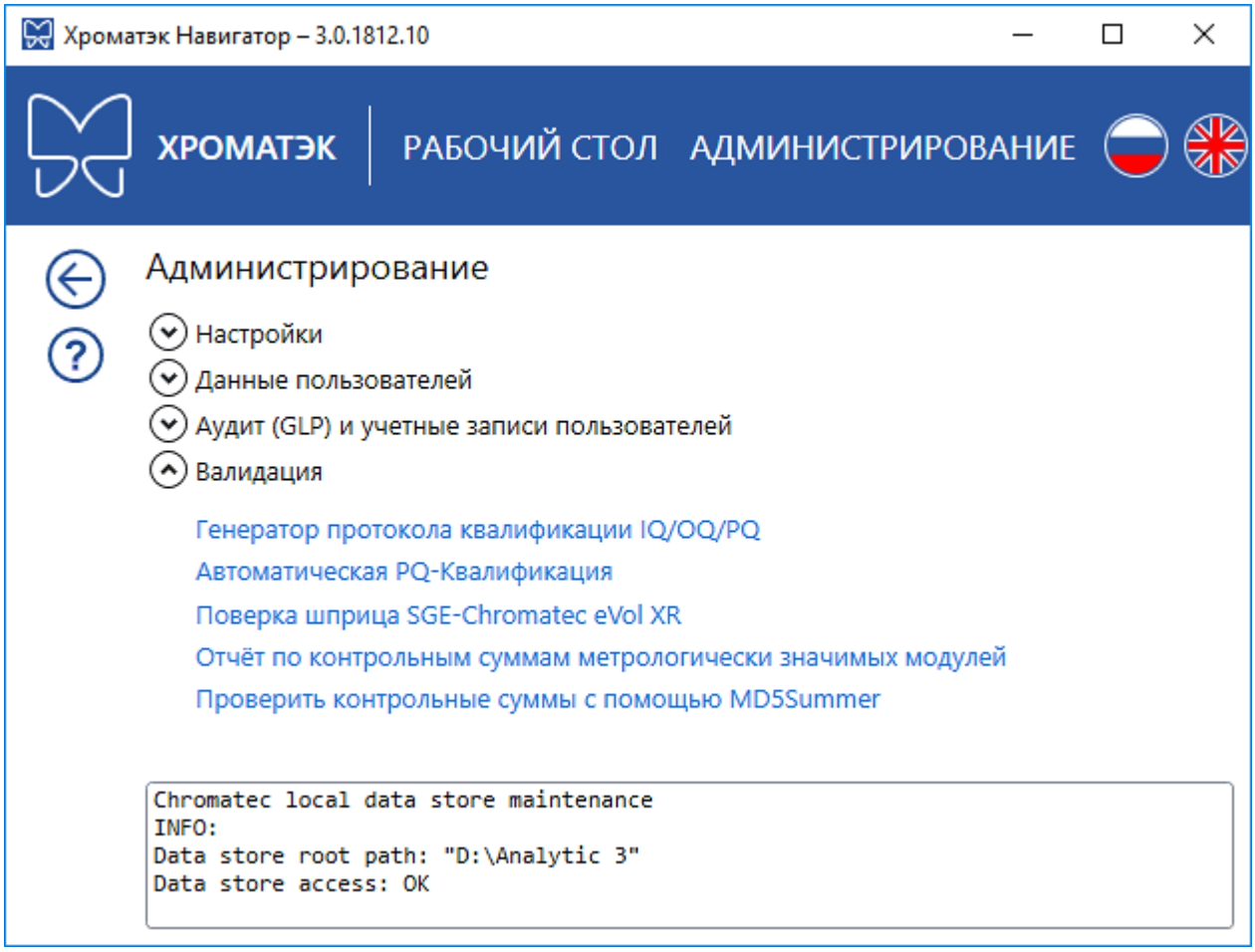


Рисунок 6.49 – Включение аудита

Если вы хотите убедиться, что "Хроматэк Навигатор" правильно вычислил хэш-коды файлов, можете использовать программу **WinMD5Sum**:

- Нажмите на ссылку "**Проверить контрольные суммы с помощью MD4Summer**".
- В параметре "File Name" выберите файл:
  C:\Program Files (x86)\Chromatec\Analytic 3.1\Analytic3Core.dll
- Сразу после выбора файла его хэш-код появится в поле ниже.

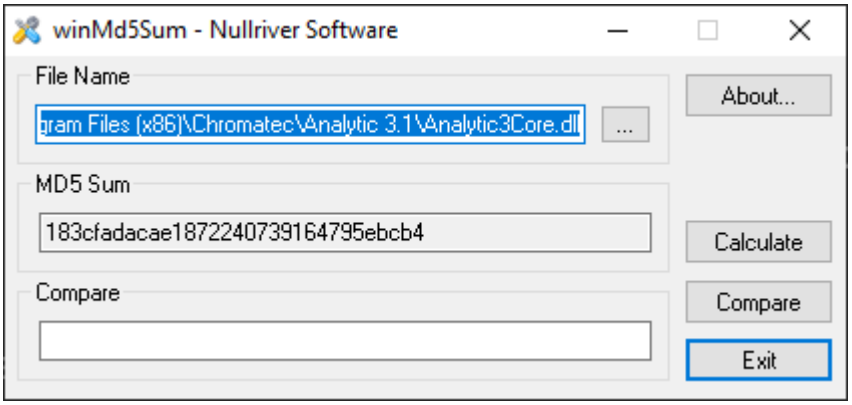
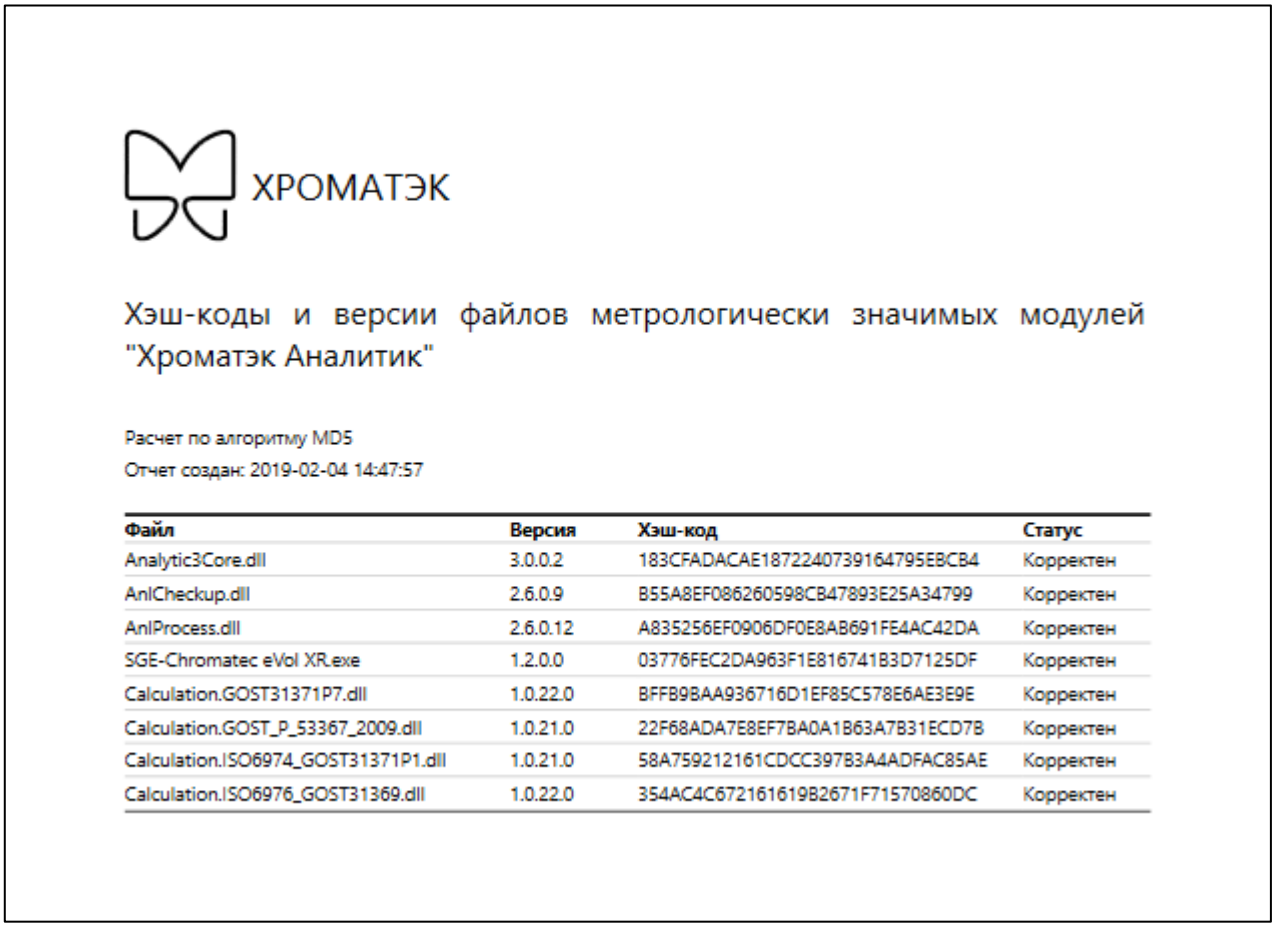


Рисунок 6.50 – Расчёт хэш-кода с помощью MD5Summer

Путь к программе MD5Summer: c:\Program Files (x86)\Chromatec\Browser\utils\ winMd5Sum.exe



ХРОМАТЭК

Хэш-коды и версии файлов метрологически значимых модулей "Хроматэк Аналитик"

Расчет по алгоритму MD5

Отчет создан: 2019-02-04 14:47:57

Файл	Версия	Хэш-код	Статус
Analytic3Core.dll	3.0.0.2	183CFADACAE18722407391647 95EBCB4	Корректен
AnlCheckup.dll	2.6.0.9	B55A8EF086260598CB47893E25A34799	Корректен
AnlProcess.dll	2.6.0.12	A835256EF0906DF0E8AB691FE4AC42DA	Корректен
SGE-Chromatec eVol XR.exe	1.2.0.0	03776FEC2DA963F1E816741B3D7125DF	Корректен
Calculation.GOST31371P7.dll	1.0.22.0	BFFB9BAA936716D1EF85C578E6AE3E9E	Корректен
Calculation.GOST_P_53367_2009.dll	1.0.21.0	22F68ADA7E8EF7BA0A1B63A7B31ECD7B	Корректен
Calculation.ISO6974_GOST31371P1.dll	1.0.21.0	58A759212161CDCC397B3A4ADFAC85AE	Корректен
Calculation.ISO6976_GOST31369.dll	1.0.22.0	354AC4C6721616 19B2671F71570860DC	Корректен

Рисунок 6.51 – Отчёт по контрольным суммам

Сертификаты на программное обеспечение доступны в Библиотеке программы "Хроматэк Навигатор".

Возможность штатного (санкционированного) изменения расчётных формул, алгоритмов и какого-либо другого функционала в "Хроматэк Аналитик" отсутствует. Пользователь при необходимости может добавить свои дополнительные расчёты с помощью встроенного приложения "Дизайнер отчётов", но не может изменить существующие, в том числе реализованные в соответствии с методикой поверки.

Отдельной защиты расчётных формул, алгоритмов и другого функционала "Хроматэк Аналитик" не предусмотрено. Защита реализована для всех исполняемых файлов (EXE) и библиотек (DLL), входящих в состав ПО,

В качестве защиты от несанкционированного изменения расчётных формул, алгоритмов и другого функционала применяется проверка хэш-кодов программных модулей на этапе загрузки ПО.

Для каждого контролируемого файла (EXE и DLL) по алгоритму MD5 вычисляется специальный код (хэш-код). Данный код уникален для каждого файла и зависит от его содержимого. В случае любого изменения файла, алгоритм MD5 не даст прежний код. Таким образом, сравнив рассчитанный хэш-код с заранее известным эталоном, можно сделать вывод о том, подвергался файл изменению или нет. В случае, если какой-либо файл будет изменен, его реальный хэш-код не будет совпадать с контрольным.

При запуске программы выполняется фоновая проверка всех файлов на целостность. В ходе проверки для каждого файла по алгоритму MD5 вычисляется хэш-код, который сравнивается с контрольным значением, содержащимся в теле программы.

- В случае успешного завершения проверки никаких сообщений оператору не выдается.
- Если какой-либо из загружаемых файлов был изменен, его хэш-код не будет совпадать с контрольным. Загрузка программы становится невозможной.

Таким образом, ПО "Хроматэк Аналитик" защищено от любого преднамеренного или непреднамеренного изменения кода своих программных модулей. Защита реализована как для расчётной (метрологически значимой), так и для интерфейсной части ПО.

Так же в ПО "Хроматэк Аналитик" реализован механизм защиты от случайного ввода ошибочной информации, которая могла бы привести к ошибкам в работе программы.

При попытке ввода недопустимых данных в любое из предназначенных для этого полей программы, значение данного поля меняется на предыдущее допустимое.

Исключена подмена или удаление программных модулей в процессе работы.

6.9.2 Защита данных

Хроматограммы хранятся в открытом, незашифрованном виде. Любую информацию в них, кроме исходных сигналов детекторов (бинарные файлы samples.bin) можно извлечь с помощью архиваторов ZIP и изменить с помощью текстовых редакторов (например, с помощью стандартной программы "Блокнот").

Данные могут быть защищены от изменения сторонними средствами путем включения соответствующей опции в настройках программы "Хроматэк Навигатор".

В случае, если защита данных от изменения сторонними средствами не была активирована, факт изменения все равно может быть установлен.

Исходные сигналы детекторов пользователь может изменить с помощью штатных средств "Хроматэк Аналитик", таких, как:

- Фильтрация.
- Коррекция нулевой линии.
- Компенсация дрейфа.

Однако данные изменения не являются необратимыми. При выполнении указанных операций исходные данные сохраняются в отдельной структуре, и пользователь в любой момент может восстановить их, нажав кнопку **Отменить изменения**.

6.9.3 Поверка

Метрологическая поверка хроматографов серии "Кристалл" и "Хроматэк-Кристалл" проводится согласно указаниям следующих документов:

- ГОСТ 8.485-83 "Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Методы и средства поверки".
- ГОСТ 26703-93 "Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний".
- РД 214.2.840.030-01Д Хроматограф "Кристалл 2000М". Методика поверки.
- РД 214.2.840.043-03Д Комплекс аппаратно-программный для медицинских исследований на базе хроматографа "Хроматэк-Кристалл 5000". Методика поверки.
- РД 214.2.840.073Д Хроматограф "Хроматэк-Кристалл 9000". Методика поверки.

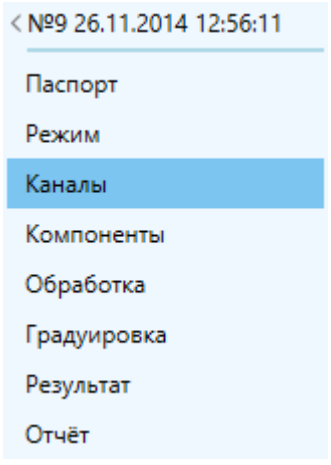
Поверка масс-спектрометрического детектора проводится с помощью расширения "МСД: Сигнал/Шум".

Перед проведением поверки должны быть выполнены подготовительные работы:

- проведение внешнего осмотра: соответствие комплектности комплекса, исправность механизмов и крепежных деталей, четкость маркировки;
- подготовка соответствующих растворов (проб);
- проверка герметичности газовых линий, от баллона с газом носителем до РРГ и РД, от РРГ (РД) до детекторов, испарителей и кранов;
- проверка термостатов испарителя, детектора и колонок на нагрев от 300 до 400 °С и охлаждение;
- подготовка колонок в соответствии с нормативной документацией по проведению анализа (кондиционирование);
- кондиционирование фильтров хроматографа и вспомогательных устройств (компрессор, генератор водорода, внешний блок фильтров).

Подробнее о вышеперечисленных действиях см. "Руководство по эксплуатации хроматографа", а также руководство по проведению анализа (если для вашего анализа есть такое руководство).

6.9.3.1 Оперативная оценка шума

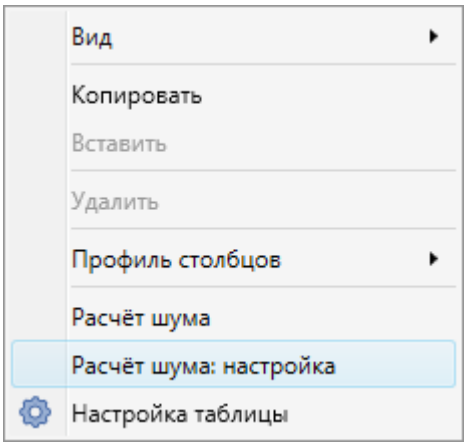


Оценка шума может быть выполнена без проведения всего поверочного расчёта.

Для расчёта шума запишите хроматограмму холостого анализа (без ввода пробы). Рекомендуемая длительность хроматограммы – 30 минут.

В паспорте хроматограммы задайте её назначение – **Нулевая линия**.

Перейдите на закладку **Каналы**.



В списке каналов щёлкните правой кнопкой мыши и в контекстном меню выберите команду **Расчёт шума: настройка**.

Согласно **Методики поверки**, интервал на котором нужно измерять шум – 10 минут.

Нажмите **Выполнить**

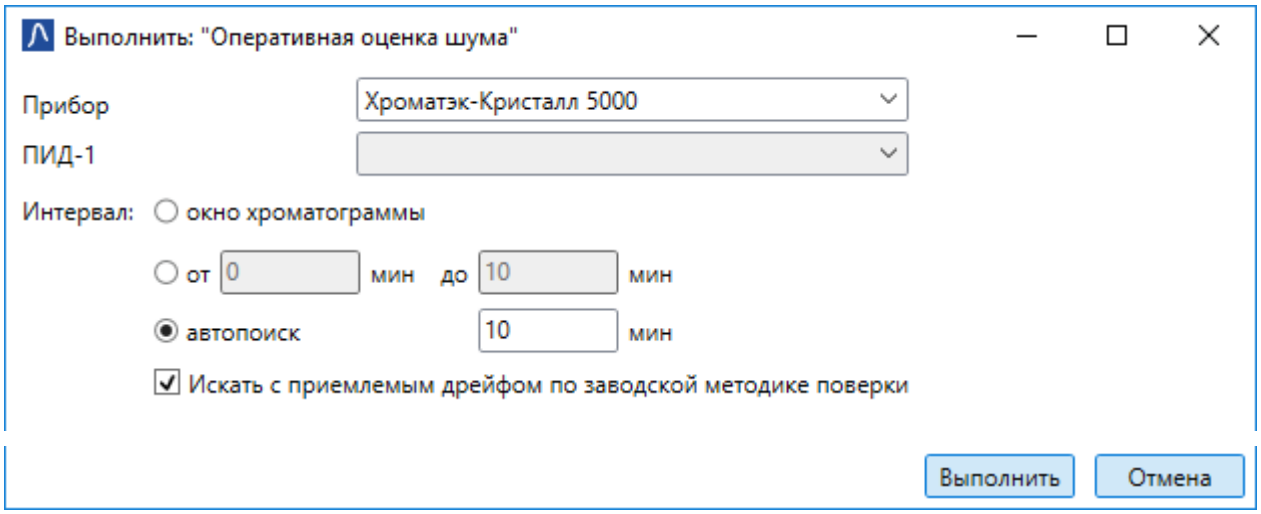


Рисунок 6.52 – Интервал поиска шума

Результат расчёта шума выводится на закладке **Каналы**.

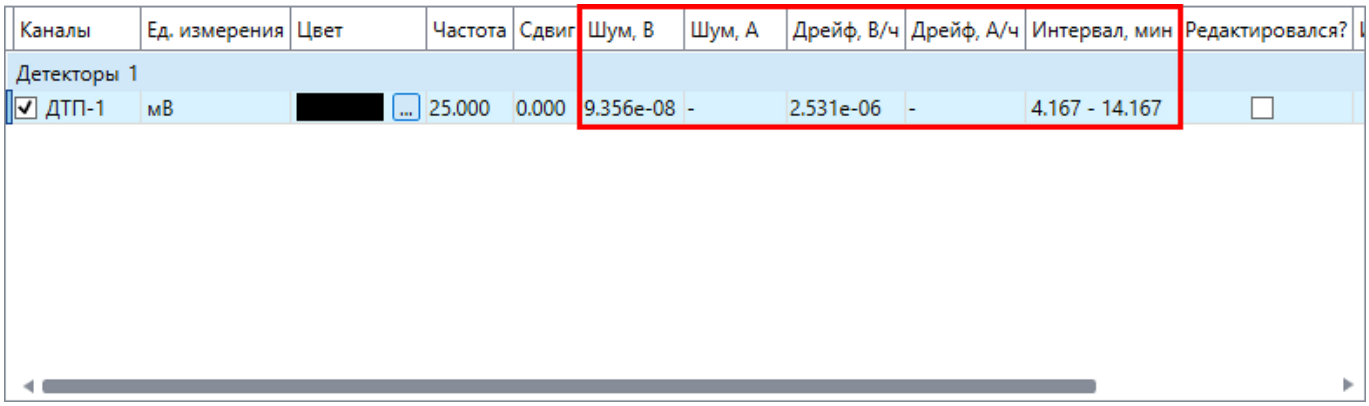


Рисунок 6.53 – Результат расчёта шума

6.9.3.2 Определение предела детектирования и среднеквадратического отклонения (СКО)

- Запишите хроматограмму холостого анализа и определите величину шума.
- Проведите не менее пяти анализов поверочной смеси.
- Заполните таблицу компонентов, задайте концентрации.



Откройте главное меню и в подменю **Процессы / Сервис** выберите пункт **Поверка**.

- Перейдите на закладку **Протокол**.
- Выберите тип хроматографа, введите его заводской номер и номера всех обнаруженных детекторов. Для хроматографов "Кристалл 2000М", выпущенных до 2009 года выберите модуль, укажите его заводской номер.
- Выберите исполнение детектора (справа от номера, есть не у всех детекторов).
- Укажите название колонки. Если колонка капиллярная, включите соответствующую опцию.
- Задайте условия проведения измерений.

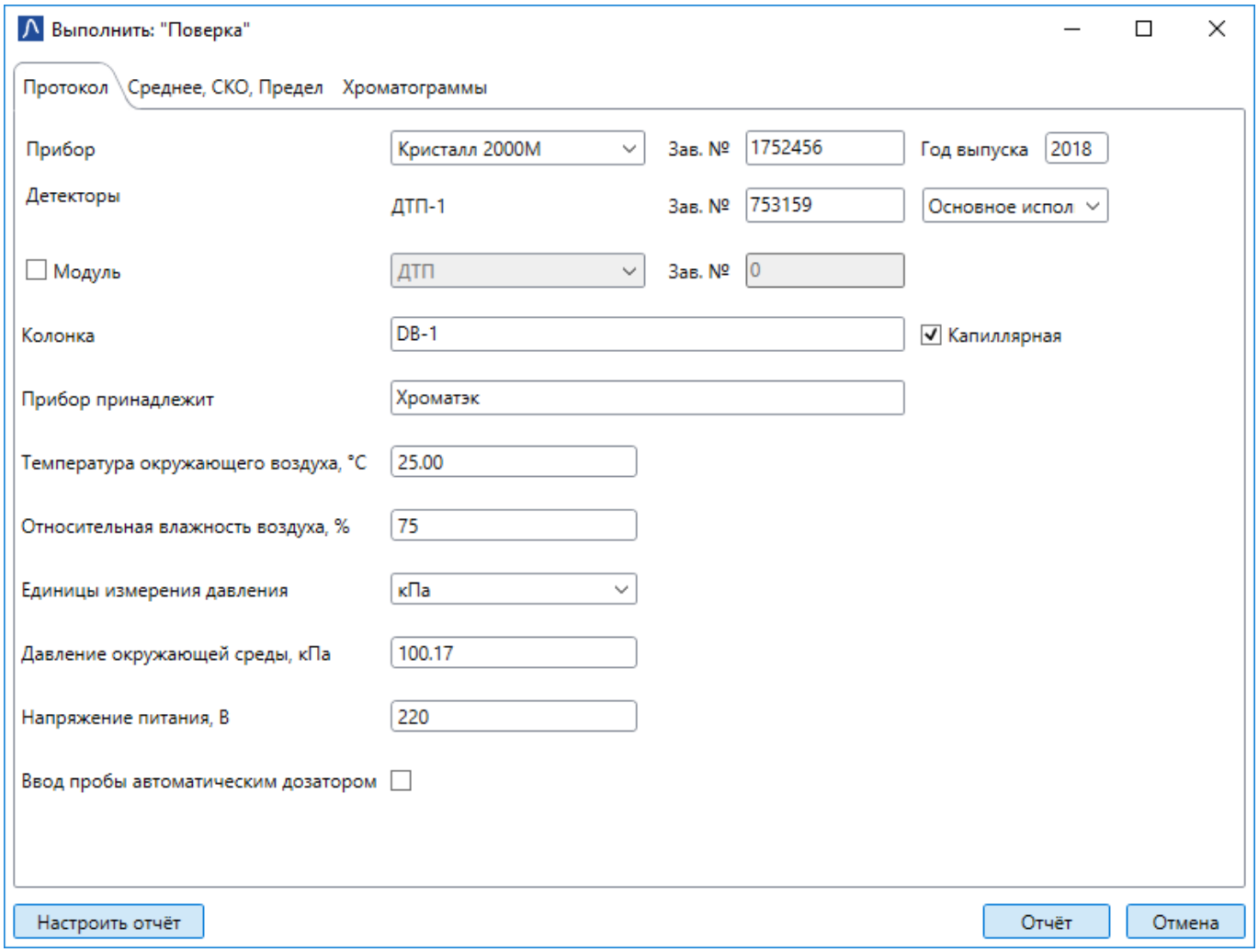


Рисунок 6.54 – Поверка. Подготовка протокола

- Перейдите на закладку **Среднее, СКО, Предел**.
- Выберите компоненты, для которых будет рассчитано СКО (если необходимо).
- Выберите компонент, по которому будет вычислен предел детектирования.

- Выберите тип расчёта предела детектирования: **стандартный**, **объёмные %** или **ВЭЖХ** (расчёт предела детектирования для хроматографа "Хроматэк-Кристалл ВЭЖХ 2014").
- Укажите объём пробы.
- Укажите коэффициент деления пробы в порте ввода (задается в режиме хроматографа).
- Укажите коэффициент извлечения. Он равен:

Значение коэффициента извлечения	Когда применяется
0.15	для азобензола (при поверке ТИД);
0.118	для фосфора в метафосе (при поверке ПФД и ТИД);
0.122	для серы в метафосе (при поверке ПФД);
0.82	углерод в пропане (при поверке ДТП);
0.84	углерод в гептане (при поверке ДТП, ПИД);
0.94	для серы в сероводороде (при поверке ПФД);
1	во всех остальных случаях.

- Укажите единицы измерения концентраций.
- При поверке ДТП задайте расход газа-носителя, температуру и давление окружающей среды.

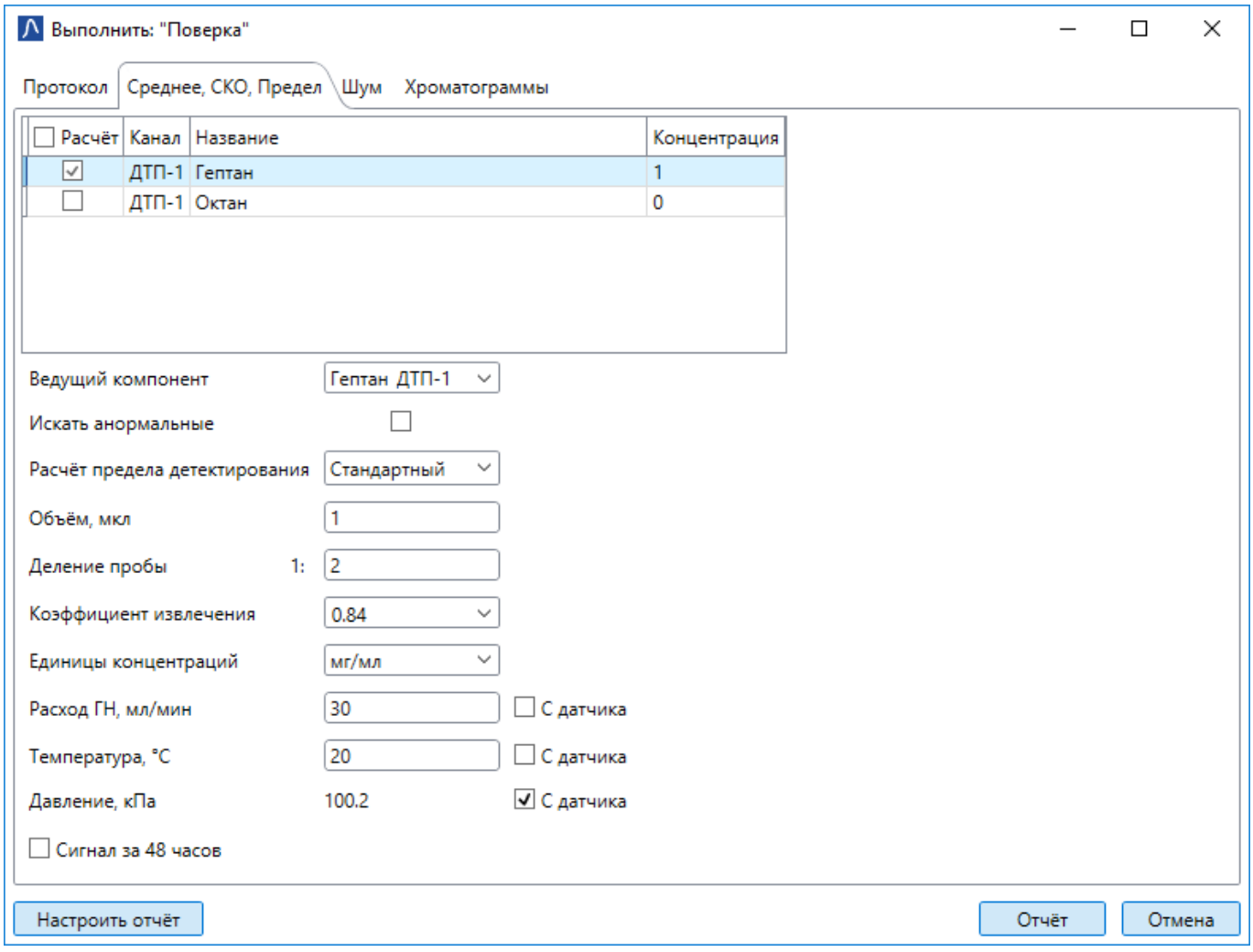


Рисунок 6.55 – Поверка. Параметры расчёта

- Перейдите на закладку **Шум**.
- Если шум следует вычислить по текущей хроматограмме, настройте параметры поиска.
- Если заранее была записана шумовая хроматограмма, выберите её в списке.

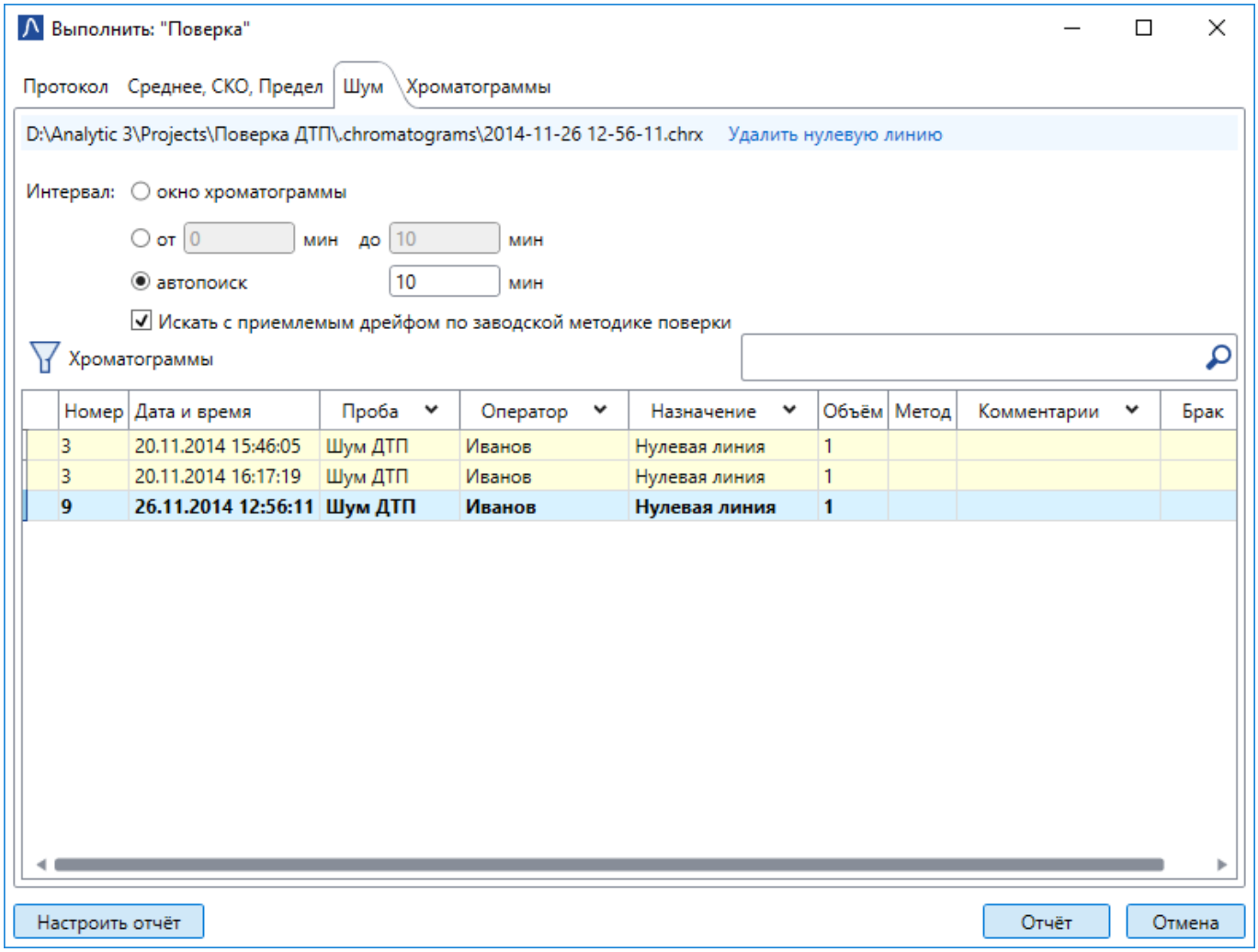


Рисунок 6.56 – Поверка. Выбор шумовой хроматограммы

- Перейдите на закладку **Хроматограммы**.
- Отметьте галочками хроматограммы для расчёта.
- Нажмите на кнопку **Отчёт**.

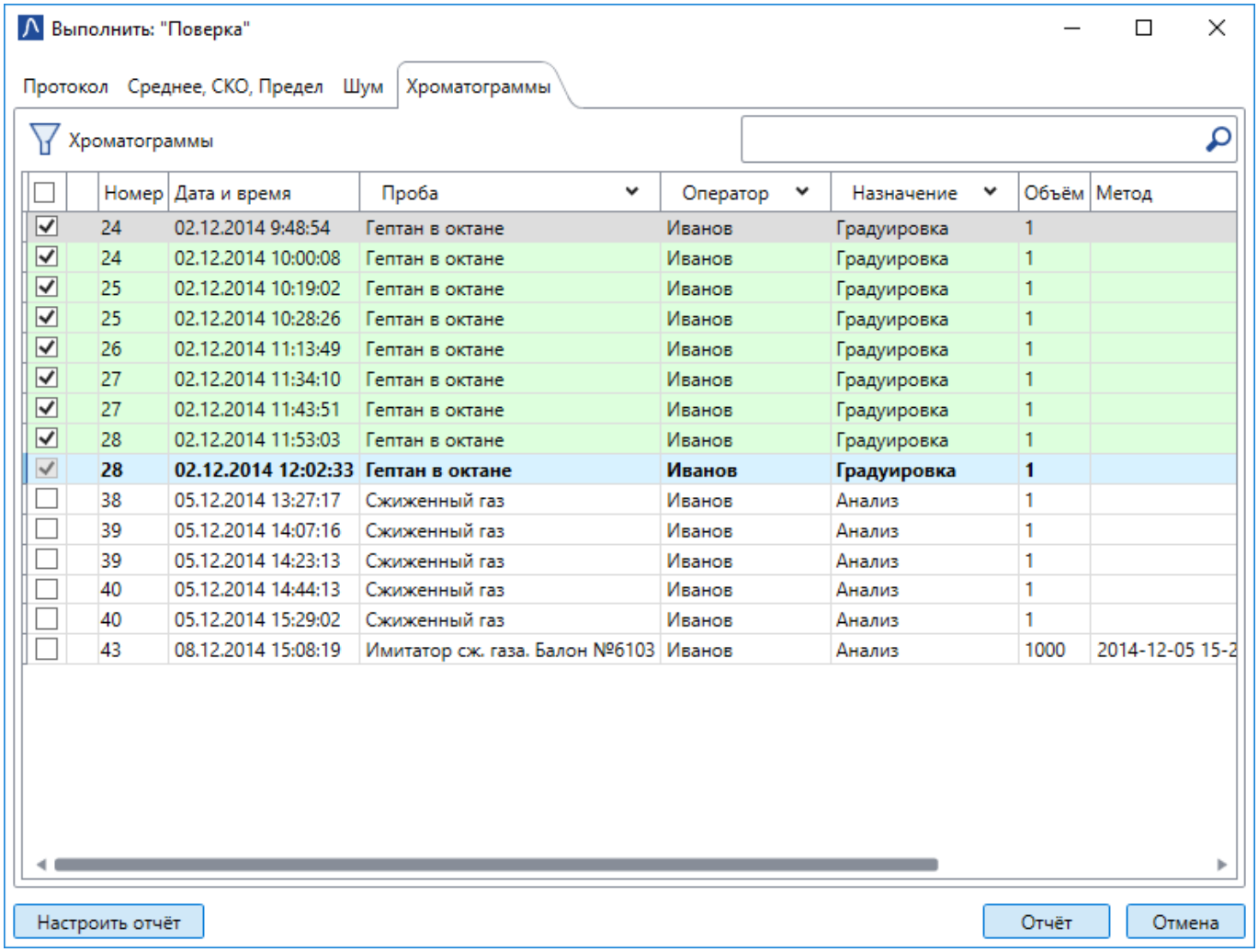


Рисунок 6.57 – Поверка. Выбор хроматограмм

6.9.4 Квалификация IQ-OQ-PQ

Квалификации лабораторного оборудования и программного обеспечения гарантирует их "валидность", т.е. пригодность для реализации задач пользователя.

Процедура квалификации включает следующие этапы:

- **Инсталляционная квалификация (IQ)**. Документальное подтверждение правильности установки оборудования. Документальное подтверждение комплектности оборудования. Проверка правильности первичной инициализации оборудования (готовность к эксплуатации).
- **Операционная квалификация (OQ)**. Проверка работы элементов управления оборудованием. Поверка правильности работы оборудования и его систем.
- **Эксплуатационная квалификация (PQ)**. Подтверждение метрологических характеристик оборудования.

Эксплуатационная квалификация может выполняться в автоматическом режиме.

Описание процедуры квалификации приведено в соответствующем руководстве.

7 ГОРЯЧИЕ КЛАВИШИ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЫШИ

Таблица 7.1 – Клавиатурные сочетания, применяемые в "Хроматэк Аналитик"

Сочетание клавиш	Действие
Работа с графиком	
ENTER	Показать всю хроматограмму.
ПРОБЕЛ	Привести все каналы к масштабу активного.
CTRL + ПРОБЕЛ	Показать все каналы в масштабе активного со смещением в начало координат.
←	Сжать график по горизонтали в два раза.
→	Растянуть график по горизонтали в два раза.
↑	Сжать график по вертикали в два раза.
↓	Растянуть график по вертикали в два раза.
SHIFT + ←	Переместить график влево.
SHIFT + →	Переместить график вправо.
SHIFT + ↑	Переместить график вверх.
SHIFT + ↓	Переместить график вниз.
SHIFT + ENTER	Показать хроматограмму в сохраненном масштабе. Нормализовать цвета при работе со спектром ДМД.
CTRL + M	Показать / скрыть маркер.
CTRL + C	Копировать канал.
CTRL + V	Вставить канал.
Обработка и отчёт	
F9	Выполнить расчёт.
F12	Показать отчёт.
ALT + F9	Обработать хроматограмму, как предыдущую.
CTRL + ALT + F9	Перейти в диалог групповой обработки.
Навигация по проекту	
ALT + ←	Перейти к предыдущей хроматограмме.
ALT + →	Перейти к следующей хроматограмме.
ALT + ↑	Перейти к первой хроматограмме проекта.
ALT + ↓	Перейти к последней хроматограмме проекта.
SHIFT + TAB	Переключение на прошлую хроматограмму в истории.

Прочие действия

F4	Запустить конвертер хроматограмм.
INSERT	Добавить запись в таблицу компонентов.
ALT + M	Открыть меню "Метод".
CTRL + I	Показать сервисную информацию.
CTRL + N	Открыть текущую хроматограмму в новом окне.
CTRL + Q	Показать "Панель управления".
CTRL + P	Показать паспорт хроматограммы.
CTRL + S	Сохранить хроматограмму.
CTRL + L	Открыть диалог выбора пользователя.
CTRL + F	Поиск по компонентам.
CTRL + TAB	Вернуться к последнему открытому расширению.
CTRL + PAGE UP	Развернуть / свернуть верхнюю часть окна.
CTRL + PAGE DOWN	Развернуть / свернуть нижнюю часть окна.
CTRL + SHIFT + S	Запустить/остановить сбор данных.
CTRL + ALT + L	Открыть папку с логами.
CTRL + ALT + E	Подготовить лог к экспорту.
CTRL + ALT + O	Открыть проект в "Проводнике".
CTRL + ALT + F9	Открыть расширение "Групповая обработка"
CTRL + ALT + SHIFT + L	Открыть лог в "LogViewer".

Таблица 7.2 – Использование мыши

Действие	Назначение
Левая кнопка мыши	
Одинарный щелчок вне пика	Снять выделение пика
Одинарный щелчок внутри пика	Выделить пика
Двойной щелчок	Показать все
+ SHIFT	Показать заданную область.
Перемещение курсора с удержанием ЛКМ	Выделить рамкой участок графика
+ курсор над графиком	Перемещение графика
+ курсор над маркером пика	Перемещение маркера пика
+ курсор над границей диапазонного маркера	Перемещение границы диапазонного маркера
+ CTRL	Рисование пика
+ курсор над графиком + SHIFT + ПРОБЕЛ	Изменение сдвига хроматограммы
Перемещение маркера пика с удержанием ЛКМ + CTRL	Разорвать базовую линию слившихся пиков
Прокрутка колеса мыши	
Курсор над графиком	Растянуть/сжать график по вертикали относительно нижней точки графика
+ CTRL	Растянуть/сжать по вертикали только активный канал
Курсор над осью сигнала.	Растянуть/сжать график по вертикали относительно положения курсора.
Курсор над осью времени.	Растянуть/сжать график по горизонтали относительно положения курсора.
Правая кнопка мыши	
Одинарный щелчок ПКМ	Показать контекстное меню.

8 КОНТАКТЫ

Общие вопросы по программному обеспечению	**Токтаев Евгений Игоревич** soft@chromatec.ru (8362) 68-59-39
Вопросы по программам "Хроматэк Газ" и "Хроматэк Сжиженный газ"	**Коробов Валерий Александрович** v.korobov@chromatec.ru (8362) 68-59-42
Вопросы по программам "Хроматэк Дистилляция", "Хроматэк DHA", "Хроматэк Gasoline"	**Игнатьев Алексей Вячеславович** a.ignatyev@chromatec.ru (8362) 68-59-42
Вопросы по программе "Хроматэк Энергетик"	**Корнилов Илья Олегович** i.kornilov@chromatec.ru (8362) 68-59-42
Вопросы по работе с МСД	**Мальцев Александр Валерьевич** a.maltsev@chromatec.ru (8362) 68-59-41
Вопросы по программе "Конфигуратор ВЭЖХ", а также общие вопросы по жидкостной хроматографии	**Алмаметов Андрей Иванович** **Печенкин Сергей Юрьевич** **Винокуров Андрей Александрович** a.almametov@chromatec.ru (8362) 68-59-72
Общие вопросы по работе оборудования	**Черепанов Роман Анатольевич** **Богданов Игорь Иванович** **Протасов Николай Витальевич** 32@chromatec.ru (8362) 68-59-32
Вопросы по ремонту оборудования и пуско-наладочным работам	**Суворов Иван Михайлович** **Тубаев Олег Анатольевич** support@chromatec.ru (8362) 68-59-19

vk.com/chromatec