

Хроматографические аппаратно-программные комплексы



Программное обеспечение
Хроматэк Аналитик
Руководство пользователя
214.00045-51И
Хроматэк Аналитик 1.5

ЗАО СКБ “Хроматэк”

1 августа 2005 г.

Содержание

4	Теоретические основы обработки хроматограмм	7
4.1	Основы хроматографического процесса	7
4.2	Этапы обработки хроматограммы	10
4.3	Фильтрация шумов	11
4.3.1	Медианная фильтрация	11
4.3.2	Гауссова фильтрация	13
4.4	Разметка пиков на хроматограмме	14
4.4.1	Общие положения	14
4.4.2	Автоматическое интегрирование	16
4.4.3	События интегрирования	22
4.5	Идентификация пиков на хроматограмме	23
4.5.1	Алгоритм идентификации пиков	23
4.5.2	Идентификация по времени удерживания	25
4.5.3	Идентификация относительно опорных пиков	26
4.5.4	Идентификация по индексам удерживания	27
4.5.5	Идентификация на двух каналах детекторов	29
4.6	Градуировка компонентов	33
4.7	Количественный расчет	35
4.7.1	Метод процентной нормализации	35
4.7.2	Метод внутренней нормализации	36

4.7.3	Метод абсолютной градуировки	37
4.7.4	Метод внешнего стандарта	38
4.7.5	Метод внутреннего стандарта	39
4.8	Дополнительные расчеты	40
4.8.1	Расчет по неидентифицированным пикам	40
4.8.2	Расчет концентрации основного вещества	41
4.8.3	Расчет погрешности градуировки	42
4.8.4	Расчет сходимости	43
7	Хроматэк Аналитик 1.5	45
7.1	Основные сведения о программе	45
7.1.1	Запуск программы	45
7.1.2	Главное окно программы	46
7.1.3	Меню и панель инструментов	48
7.1.4	График	49
7.2	Настройка программы	50
7.2.1	Настройка параметров анализа	50
7.2.2	Настройка параметров отчета	51
7.2.3	Работа с окнами	52
7.3	Обработка хроматограмм	54
7.3.1	Особенности работы в процессе снятия хроматограмм. Вспомогательное окно	54
7.3.2	Заполнение паспорта хроматограммы	55
7.3.3	Визуальная оценка хроматограммы. Работа с графиком	57
7.3.4	Фильтрация хроматограммы	59
7.3.5	Интегрирование	60
7.3.6	Идентификация	62

СОДЕРЖАНИЕ	5
7.3.7 Ручная корректировка и удаление разметки пиков	63
7.3.8 Создание и изменение компонентов	65
7.3.9 Калибровка	67
7.3.10 Импорт компонентов и калибровочных уровней	71
7.3.11 Количественный расчет	72
7.4 Работа с файлами хроматограмм	73
Предметный указатель	78

Глава 4

Теоретические основы обработки хроматограмм

4.1 Основы хроматографического процесса

Хроматография — физико-химический метод разделения компонентов анализируемой смеси, основанный на разности коэффициентов их распределения между двумя фазами: неподвижной и подвижной.

В газовой хроматографии в качестве подвижной фазы используется газ, называемый газом-носителем. Неподвижная фаза может быть как твердым телом (адсорбентом), так и жидкостью (в виде пленки, нанесенной на поверхность твердого носителя).

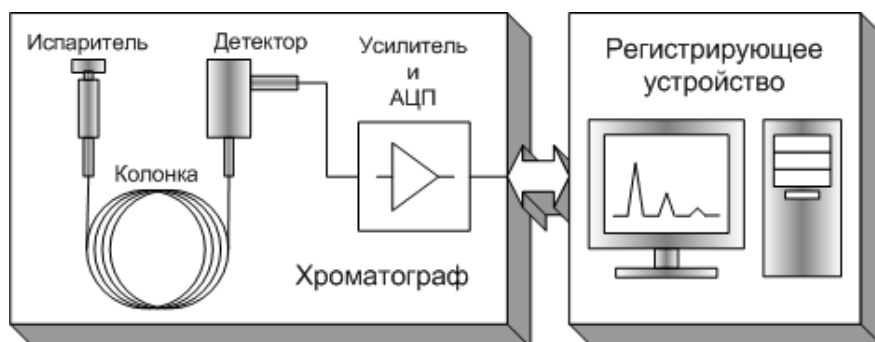


Рисунок 4.1. Принципиальная схема хроматографа

Устройство ввода (рисунок 4.1) подает в поток газа-носителя определенное количество анализируемой смеси в газообразном состоянии непосредственно перед колонкой.

В хроматографической колонке осуществляется разделение смеси на отдельные составляющие компоненты. При продвижении смеси по колонке протекают про-

цессы сорбции и десорбции веществ на неподвижной фазе. При этом вещества, слабо сорбируемые неподвижной фазой, будут переноситься подвижной фазой по колонке с большей скоростью и наоборот.

Из колонки разделенные компоненты смеси попадают в детектор. Детектор регистрирует присутствие веществ, отличающихся по физическим или физико-химическим свойствам от газа-носителя, и преобразует возникающие изменения в электрический сигнал.

Далее происходит усиление и аналого-цифровое преобразование полученного сигнала. Регистрирующий прибор (компьютер или самописец) строит график зависимости сигнала детектора от времени, называемый хроматограммой (рисунок 4.2).

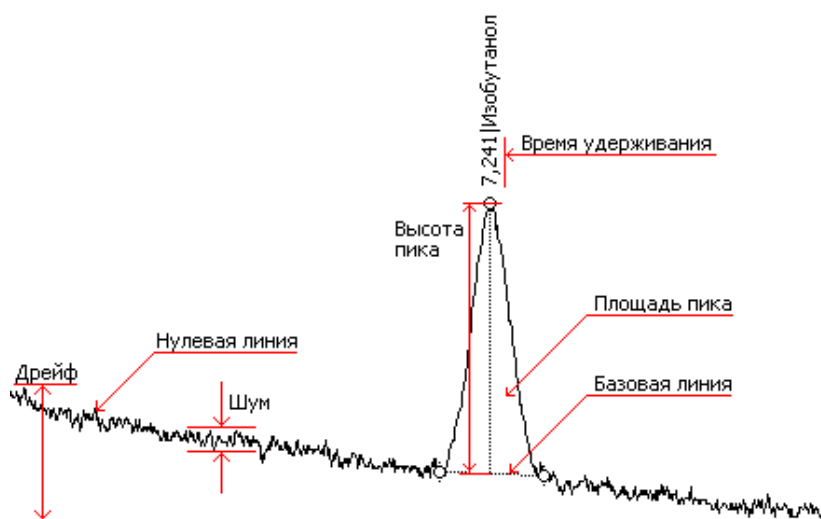


Рисунок 4.2. Структура хроматограммы

Прохождение в детекторе газа-носителя без пробы на хроматограмме отражается фоновым сигналом детектора, который называется **нулевой линией**. Нулевая линия представляет собой не идеальную линию, а имеет высокочастотные колебания — **шум**. Изменение сигнала нулевой линии детектора во времени называется **дрейфом**.

При прохождении через детектор анализируемого компонента происходит отклонение уровня сигнала детектора от нулевой линии. Это отклонение отображается на хроматограмме в виде пика.

Пик на хроматограмме имеет следующие характеристики:

Время удерживания

Время от начала анализа до выхода максимума пика.

Площадь

Область, ограниченная профилем пика и базовой линией.

Высота

Расстояние от вершины пика до базовой линии.

Время удерживания — качественная характеристика анализируемого компонента, площадь и высота — количественные характеристики.

4.2 Этапы обработки хроматограммы

После получения хроматограммы проводится ее обработка, которая включает в себя несколько последовательных этапов.

Фильтрация шумов

Сглаживание нулевой линии хроматограммы с целью повышения стабильности автоматической обработки хроматограммы.



Фильтрация шумов обычно применяется в исключительных случаях, например, при наличии выбросов на хроматограмме. В большинстве случаев в данной операции нет необходимости.

Интегрирование пиков

Определение базовой линии пиков и измерение параметров пиков (время удерживания, площадь, высота).

Идентификация пиков

Отнесение пиков на хроматограмме к тому или иному компоненту в таблице по параметрам удерживания.

Градуировка

Анализ проб с известным содержанием анализируемых компонентов с целью вычисления коэффициентов чувствительности детектора к этим компонентам.



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

Количественный расчет

Завершающая стадия количественного анализа, в которой производится расчет концентраций компонентов в анализируемой пробе.



Таким образом, хроматограмма, в зависимости от поставленной цели, может служить для выполнения градуировки прибора либо для расчета концентраций в пробе с неизвестным содержанием компонентов.

4.3 Фильтрация шумов

На хроматограмме всегда присутствуют шумы и выбросы, которые обусловлены неидеальностью хроматографического тракта системы: детектора, усилителя, АЦП и их соединения. Высокое значение шума не является хорошей характеристикой для хроматографического анализа, так как в этом случае снижается предел детектирования, затрудняется автоматическая обработка хроматограммы и т.д.

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.

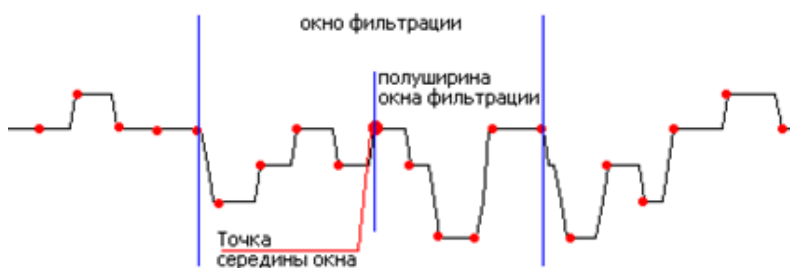


Рисунок 4.3. Окно фильтрации



Поскольку любая фильтрация искажает форму пиков, то ее использование оправдано только при высоких значениях шума. При этом рекомендуется начинать подбор полуширины окна фильтра с единицы и постепенно увеличивать ее 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.

Значение полуширины окна при настройке следует выбирать минимальным и постепенно увеличивать его до оптимального.

4.3.1 Медианная фильтрация

Значения точек внутри окна фильтрации сортируются в порядке возрастания и точка, соответствующая середине окна, заменяется другим значением, попадающим в центр отсортированного массива.

Этот метод влияет на хроматографические пики в наименьшей степени, хорошо сглаживает базовую линию, не меняет форму пика на склонах и очень эффективно устраняет отдельные выбросы (в этом случае выброс заменяется на одну из соседних точек). Однако он слегка “приглаживает” вершины пиков и ложбины между пиками и может изменять как высоту, так и площадь хроматографических пиков.

На рисунке 4.4, представлена хроматограмма до и после медианной фильтрации.

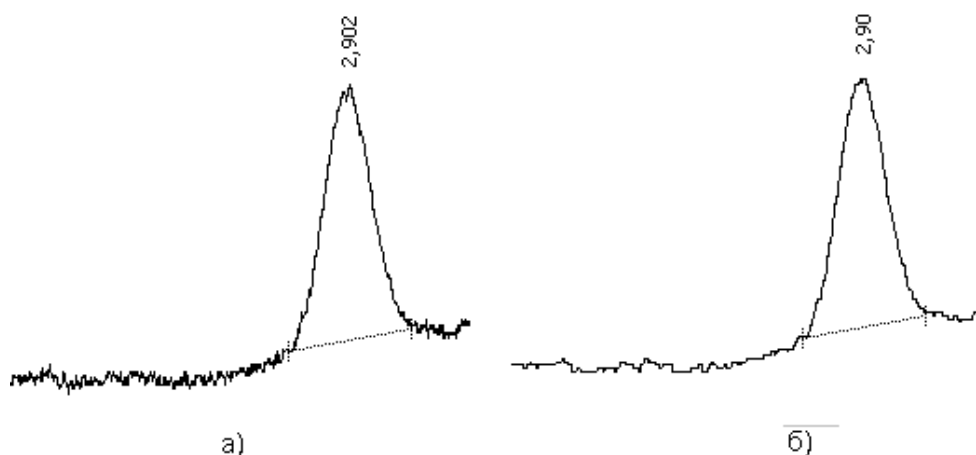


Рисунок 4.4. Хроматограмма а) до фильтрации, б) после фильтрации

При выполнении фильтрации данной хроматограммы значение полуширины окна было равно 5 точкам. По результатам фильтрации можно наблюдать что амплитуда шумов сигнала детектора значительно снизилась, а площадь (надпись над пиком) при этом незначительно уменьшилась.

4.3.2 Гауссова фильтрация

Вычисляется среднее взвешенное значение всех точек внутри окна с весом, распределенным по функции Гаусса с центром в середине окна, результат используется как новое значение отклика детектора. Пики после сглаживания становятся ниже и шире, их площадь при этом не изменяется.



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.

4.4 Разметка пиков на хроматограмме

4.4.1 Общие положения

Интегрирование пиков (разметка) — операция вычисления параметров пиков на полученной хроматограмме. При этом пики ограничиваются базовой линией (прямой, соединяющей точки начала и конца пика на нулевой линии). Корректность разметки пиков оказывает большое влияние на правильность результатов количественного анализа.

На основании полученных фигур оцениваются **Время удерживания**, **Площадь** и **Высота**.

В некоторых случаях необходимо знать ширину пика, которая измеряется у его основания и совпадает с длиной базовой линии. Используется также понятие ширина пика на половине его высоты (например, для расчета эффективности колонки).

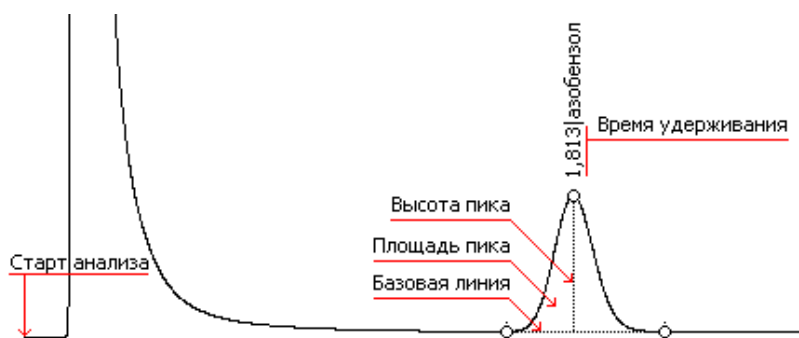


Рисунок 4.5. Разметка пика



Корректность разметки пиков оказывает большое влияние на правильность результатов количественного анализа.

В программе использован алгоритм автоматического детектирования пиков на основе первой производной (наклона) хроматографической кривой, дополненный механизмом событий интегрирования.



Следует иметь в виду, что никакой алгоритм не может в ряде случаев (сложная форма базовой линии, плохое разделение хроматографических пиков, малые пики-наездники, высокий уровень шумов и т.д.) гарантировать корректную автоматическую разметку на пики, поскольку само понятие “пик” во многом субъективно и зависит от конкретно решаемой задачи. При этом правильность получаемых результатов зачастую зависит от опыта оператора. Поэтому оператор должен сообщить процедуре автоматического детектирования пиков как можно больше априорной информации, для того чтобы хроматограмма была размечена в соответствии с его представлениями.

4.4.2 Автоматическое интегрирование

Настройка параметров интегрирования имеет смысл, если ожидается обработка серии хроматограмм со сходными, повторяющимися особенностями базовой линии.

Параметры интегрирования, с помощью которых оператор может влиять на операцию обнаружения пиков на хроматограмме, перечислены ниже:

Ширина

Ожидаемая ширина основания характерного пика в секундах.

Для определения величины производной берется некоторое количество точек справа и слева от заданной, по ним вычисляются средние значения и разница средних считается оценкой производной в заданной точке хроматограммы. При этом количество суммируемых точек зависит от параметра “Ширина”. Данный параметр является наиболее значимым и сильно влияет на корректность обнаружения пиков на хроматограмме, поэтому рекомендуется задавать его с особой тщательностью.



Оптимальное значение параметра “Ширина”.



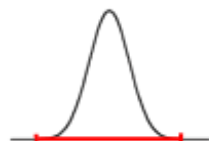
Значение параметра “Ширина” слишком мало, в результате чего данный участок хроматограммы принимается за дрейф базовой линии и не размечается как пик.

Порог

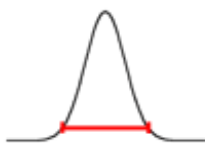
Критерий срабатывания детектора на переднем склоне пика.

Полученное значение производной делится на величину шума базовой линии и, если это отношение превышает уровень, установленный данным параметром, то производная на переднем фронте пика считается значимой.

Рекомендуемое значение параметра находится в пределах от 1 до 3.



Оптимальное значение параметра “Порог”.

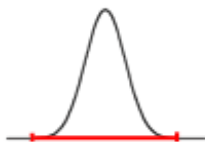


Значение параметра “Порог” слишком большое, в результате чего положение характерных точек начала и окончания пика сильно смещено к вершине пика.

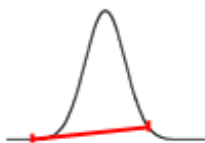
Асимметрия

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.



Оптимальное значение параметра “Асимметрия”.



Значение параметра “Асимметрия” слишком большое, в результате чего положение характерной точки окончания пика сильно смещено к вершине пика.

Плато

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.



Значение параметра “Плато” слишком велико для того, чтобы обнаруженный пик был удален по данному критерию.



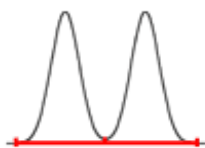
При достаточно малом значении параметра “Плато” обнаруженный пик будет удален. Чем меньше значение данного параметра, тем больше пиков будет удалено.

База

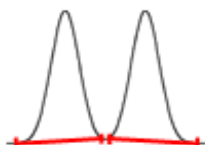
Минимальная ширина плато на спуске пика, достаточная для завершения пика и идентификации базовой линии. Единицей измерения является текущее значение параметра “Ширина”.

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 0.5, при значении равном 0 все пики будут размечены как отдельно стоящие.



Значение параметра “База” достаточно большое. При этом площади между смежными пиками делятся по вертикали.

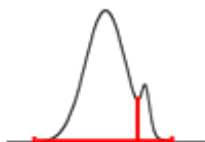


Значение параметра “База” достаточно мало для того, чтобы близко расположенные пики были размечены как отдельно стоящие.

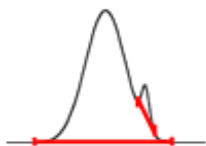
Наездник

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.



Значение параметра “Наездник” больше отношения высот первого и второго пиков, поэтому площадь между ними делится по вертикали.

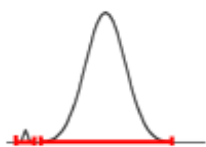


Значение параметра “Наездник” достаточно мало. При этом площадь между смежными пиками делится по касательной. Чем меньше значение данного параметра, тем больше будет пиков-наездников.

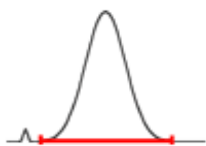
Минимальная площадь

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.



Значение параметра “Минимальная площадь” меньше площади левого пика.

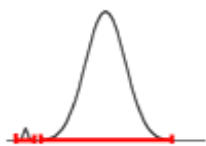


Значение параметра “Минимальная площадь” достаточно большое. При этом левый пик был удален. Чем больше значение данного параметра, тем больше пиков будет удалено.

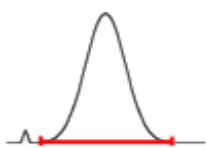
Минимальная высота

Минимально допустимая высота детектируемого пика.

Подавление пиков с высотой, значение которой меньше заданного. При этом значение параметра, равное 0, означает, что подавление пиков выключено.



Значение параметра “Минимальная высота” меньше высоты левого пика.



Значение параметра “Минимальная высота” достаточно большое. При этом левый пик был удален. Чем больше значение данного параметра, тем больше пиков будет удалено.

Для капиллярной колонки характерны узкие пики (см. рисунок 4.6), для наса-

дочной — широкие (см. рисунок 4.7), поэтому для разметки пиков компонентов, разделенных на капиллярных и насадочных колонках, обычно применяются различные наборы значений параметров интегрирования (пример см. в таблице 4.9).

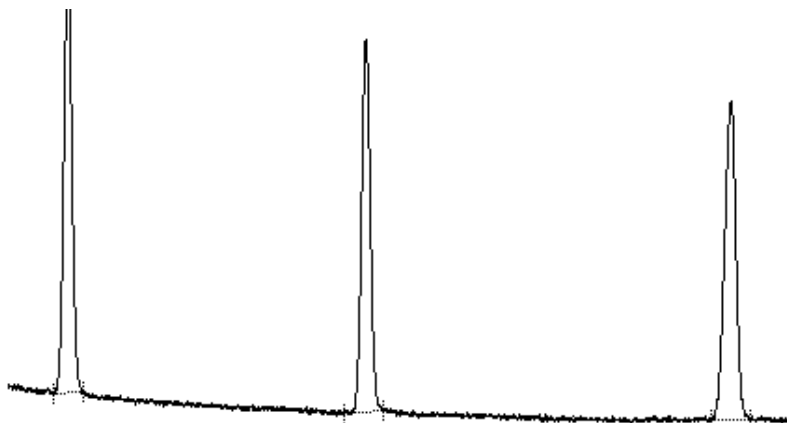


Рисунок 4.6. Пики, полученные при работе с капиллярной колонкой

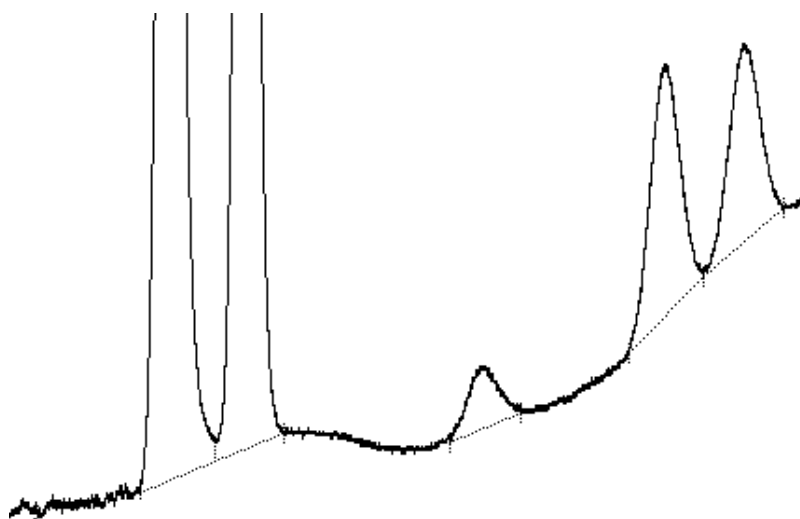


Рисунок 4.7. Пики, полученные при работе с насадочной колонкой

Для достижения желаемого результата необходимо варьировать параметры интегрирования.

Однако не всегда получается подобрать одинаковые параметры для разметки всех пиков на хроматограмме. Например, с увеличением времени выхода пика изменяется его профиль, поэтому значения, подходящие для пиков в начале хроматограммы, могут не подходить для пиков в ее конце. В таких случаях предусмотрена возможность использования событий интегрирования, позволяющих на разных участках хроматограммы использовать разные критерии разметки пиков.

Таблица 4.1. Параметры интегрирования при использовании насадочной и капиллярной колонок

Параметр	Капиллярная колонка	Насадочная колонка
Ширина	2	10
Порог	1	1
Асимметрия	0.7	0.7
Наездник	5	3
Плато	1	2
База	0.01	0.5
Мин. площадь	0	2
Мин. высота	0.1	0

4.4.3 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 для отдельного детектора, и оно начинает действовать с указанного момента времени до тех пор, пока не будет переопределено другим событием такого же типа или пока не завершится хроматограмма.

Настройка алгоритма разметки с использованием событий интегрирования имеет смысл, если ожидается обработка серии хроматограмм со сходными, повторяющимися особенностями базовой линии. В противном случае рекомендуется ручная коррекция пиков.



Если не удастся добиться желаемой разметки при использовании параметров и событий интегрирования, используют ручное графическое интегрирование (непосредственно на графике хроматограммы). Подробные описания процессов ручного графического интегрирования приведены в разделах [Ручная коррективировка и удаление разметки пиков](#) глав [Хроматэк Аналитик 2.5](#) и [Хроматэк Аналитик 1.5](#).

4.5 Идентификация пиков на хроматограмме

Идентификация — отнесение пиков на хроматограмме к тому или иному компоненту из списка. При этом производится сравнение рассчитанных параметров удерживания всех обнаруженных на хроматограмме пиков с информацией, хранящейся в таблице компонентов.

В данном разделе приведены характерные примеры использования идентификации, которые могут быть использованы как в чистом виде так и в сочетании друг с другом.

4.5.1 Алгоритм идентификации пиков

Программы обработки *Хроматэк Аналитик* используют два различных алгоритма идентификации.

Идентификация в программе *Хроматэк Аналитик 2.5* проводится по следующему алгоритму:

Этап 1

Составляется список всех возможных пар (пик — компонент), для пиков попадающих в окна поиска компонентов. Таким образом, в построенном списке один пик может претендовать на несколько компонентов и наоборот.

Этап 2

Составленный список сортируется по удовлетворению критерия выбора пика в окне компонента. Критерии сортировки: близость по шкале времени или индекса. Этот критерий, а так же приоритетность идентификации опорных и обычных пиков задается в диалоге **Идентификация** последовательности операций **Расчет хроматограммы** (см. раздел [Расчет хроматограммы](#) главы [Хроматэк Аналитик 2.5](#)).

Этап 3

Из отсортированного списка пар идентифицируются **опорные** пики. Компонент считается идентифицированным, если в списке пар присутствуют одноименные подтверждающие для него компоненты. При отсутствии пиков-претендентов для подтверждающих компонентов, идентификация пика не производится. После идентификации **опорных** пиков пересчитываются ожидаемые параметры удерживания (время, индекс) для обычных и всех прочих пиков.

Этап 4

Идентификация обычных пиков проводится аналогично **этапу 3**.



В программе *Хроматэк Аналитик 1.5* применяется более простой (но менее надежный) алгоритм, согласно которому пик считается идентифицированным, если его время удерживания попадает в окно поиска компонента. Если в одно окно попадают два и более пиков, идентифицированным считается первый по времени пик.

4.5.2 Идентификация по времени удерживания

Наиболее простой способ идентификации — сравнение времени удерживания анализируемого компонента с временем удерживания известного соединения при строго заданных условиях анализа. Для проведения идентификации пика по времени удерживания в таблице компонентов используются следующие поля:

- название компонента;
- время удерживания;
- окно поиска по времени, %.

Окно поиска — границы области, в которой будет осуществляться поиск пика, как в положительную, так и в отрицательную сторону от заданного в таблице параметра удерживания.

На хроматограмме пик присваивается тому компоненту, заданное время удерживания которого наиболее близко к реальному времени пика.

4.5.3 Идентификация относительно опорных пиков

При идентификации по времени удерживания большую помощь оказывает введение опорных пиков. Например, при одновременном сдвиге по той или иной причине времен удерживания всех компонентов наличие опорных пиков поможет правильно идентифицировать вещества, несмотря на то, что время их удерживания не будет попадать в окно поиска по времени. Опорными, как правило, выбираются стоящие отдельно или большие пики. Им присваивается тип: опорный в таблице компонентов и задается увеличенное окно поиска (2–5%). В этом случае идентификация производится следующим образом:

1. Производится поиск опорных пиков по времени удерживания.
2. Рассчитывается разница между реальными и табличными временами удерживания опорных пиков и строится линейная функция сдвига времен удерживания.
3. Для обычных (не опорных) пиков рассчитывается ожидаемое время удерживания, исходя из заданного в таблице компонентов и функции сдвига времен удерживания.

4.5.4 Идентификация по индексам удерживания

Кроме того, для идентификации могут использоваться относительные параметры удерживания, которые в меньшей степени зависят (в отличие от времени удерживания) от условий анализа. Одним из таких параметров является индекс удерживания — безразмерная величина, характеризующая положение пика вещества на хроматограмме относительно пиков выбранных стандартов. Если в качестве стандартов используются *n*-алканы, то индекс удерживания называется индексом Ковача. Выбор типа индекса (линейный или логарифмический) зависит от условий анализа. Для постоянной температуры колонки во время анализа характерна логарифмическая зависимость, при программировании — линейная. Однако между этими двумя крайними случаями нет четкой границы.

При идентификации по индексам удерживания в таблицу компонентов должны быть занесены табличные значения индексов компонентов, а также окно поиска по индексу. Необходимо опорным пикам присвоить тип: опорный в таблице компонентов и задать увеличенное окно поиска (2–5%) по времени.

Опорных пиков должно быть два, желательно выходящих до и после анализируемого компонента. Если в качестве опорных пиков используются *n*-алканы, то выбирают ближайшие по времени относительно анализируемого вещества. Если в таблице компонентов указано больше двух опорных пиков, то при идентификации выбираются те два из них (до и после компонента), которые по времени удерживания расположены ближе к интересующему веществу.

Идентификация по индексам удерживания производится следующим образом:

1. Производится идентификация опорных пиков по времени удерживания.
2. Опорным пикам присваиваются соответствующие индексы из таблицы компонентов.
3. Используя заданные индексы удерживания опорных пиков, рассчитываются индексы удерживания обычных пиков и сравниваются с табличными данными.

Индексы удерживания рассчитываются по формулам:

- линейный индекс удерживания:

$$I_i = I_n + (I_{n+1} - I_n)(t_i - t_n)/(t_{n+1} - t_n),$$

- логарифмический индекс удерживания:

$$I_i = I_n + (I_{n+1} - I_n)(\log(t'_i) - \log(t'_n))/(\log(t'_{n+1}) - \log(t'_n)),$$

где I_i — индекс удерживания интересующего пика, I_n, I_{n+1} — индексы предыдущего и последующего компонентов с известной величиной индекса, t_i — время удерживания интересующего пика, t_n, t_{n+1} — времена удерживания пиков, соответствующие предыдущему и последующему компонентам с известными индексами, t' — приведенное время удерживания.



Приведенное время удерживания равно разности абсолютного времени удерживания и мертвого времени (времени нахождения неудерживаемого компонента в хроматографической системе). Мертвое время определяется экспериментально и задается в паспорте хроматограммы. Если мертвое время не задано, то программа принимает за него время удерживания первого пика.

Если у компонента задано более одного параметра удерживания, идентификация производится согласно приоритету шкал (время, линейный индекс, логарифмический индекс), задаваемого оператором для всей хроматограммы. Если опорные пики не заданы — идентификация всех пиков производится только по времени удерживания.

В окно ожидаемого времени или индекса удерживания одного компонента может попасть несколько пиков. В этом случае выбор пика, в зависимости от настройки, может осуществляться по следующим критериям:

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

Один и тот же пик может попасть в окна поиска разных компонентов, тогда он будет сопоставлен компоненту, имеющему меньшее время удерживания.



В общем случае, схема идентификации пиков на хроматограмме может быть следующей: опорные компоненты — максимальные по высоте, остальные — ближайшие по времени или индексу. Для более точной коррекции времен и расчета индексов удерживания рекомендуется выбирать не менее двух опорных компонентов: один в начале хроматограммы и один ближе к окончанию.

Указанная схема распознавания компонентов оказывается достаточно универсальной и гибкой для того, чтобы проблема корректного распознавания в подавляющем большинстве случаев не стояла. Все, что требуется от оператора — на этапе настройки грамотно выбрать опорные пики и в дальнейшем время от времени корректировать их ожидаемые времена удерживания по текущей хроматограмме.

4.5.5 Идентификация на двух каналах детекторов



Данный способ идентификации используется только в программе *Хроматэк Аналитик 2.5*.

Схема идентификации компонентов на двух каналах детекторов применяется для более надежной, достоверной идентификации при анализе сложных многокомпонентных проб, когда одного параметра, времени удерживания компонента далеко недостаточно.

Варианты двухканальных схем идентификации:

- Последовательное детектирование. Проба проходит через разделительную колонку, попадает в первый детектор, затем без разрушения переходит во второй детектор. Необходимое условие таких схем: первый детектор не должен разрушать образец. Примеры: ДТП-ПИД, ЭЗД-ТИД, ЭЗД-ПИД.
- Параллельное детектирование. Проба вводится и разделяется в хроматографической колонке. На выходе из колонки проба разделяется на два потока, каждый из которых попадает в независимый детектор. В этом случае может применяться сочетание двух любых детекторов.
- Разделение с применением двух колонок различной полярности. Этот способ идентификации основан на различиях в разделительной способности двух неподвижных фаз, имеющих разную полярность. Проба попадает в устройство ввода и затем разделяется на две хроматографические колонки имеющие разную полярность. Компоненты двигаются по колонкам с различной скоростью. На выходе каждой колонки один и тот же компонент имеет разное время удерживания. В этом варианте идентификации обычно используется сочетание двух одинаковых детекторов.

При проведении идентификации на двух каналах создаются компоненты с одинаковым именем на каждом канале детектора. При этом в столбце "идентификация" для компонента на одном из каналов устанавливается признак опорный или обычный (в зависимости от цели), на втором – подтверждающий. Идентификация с применением двух каналов может сочетаться с любыми вышеописанными приемами. Так, если для компонента не создается одноименный компонент на втором канале, его идентификация будет проведена по обычному алгоритму.

При проведении анализа с применением двух колонок различной полярности идентификация становится достаточно сложной и требует от оператора проведения правильных настроек при создании таблицы компонентов. Следующие советы позволят повысить достоверность идентификации и избежать ошибок при интерпретации хроматограмм:

- Времена удерживания компонентов должны указываться максимально точно. Окна поиска должны быть небольшие с целью минимизации временных областей поиска, в которых возможно присутствие двух или более компонентов.
- При идентификации на двух каналах обычный (опорный) компонент следует выбирать на том канале, где этот компонент лучше отделяется от других анализируемых компонентов и посторонних пиков. На втором канале, где пересечение областей поиска с другими компонентами более вероятно, данный компонент будет носить признак подтверждающий.
- Аналогично, если сорбент колонки на одном из каналов способствует элюированию несимметричных пиков (время удерживания которых отклоняется при увеличении концентрации), компонент на этом канале должен иметь признак подтверждающий. На канале, имеющем симметрично элюируемый пик, компонент будет иметь признак обычный (или опорный).
- Если различие заданного параметра удерживания двух компонентов с реальным временем удерживания пика одинаково, предпочтение в идентификации будет отдано компоненту с меньшим окном поиска. Это может быть использовано оператором, как искусственный прием, например, если присутствие одного компонента в анализируемой пробе более вероятно, чем второго. Для использования этого приема, двум близко элюируемым компонентам назначается одинаковое время удерживания и незначительно отличающиеся окна поиска (например, 3% и 2.99%).

Тем не менее, идентификация с применением двух каналов является достаточно сложным процессом и в некоторых ситуациях программа может работать некорректно. Ниже приведены примеры некорректной работы программы:

Примеры спорных ситуаций при проведении идентификации.**Пример 1.**

Условие: На одном из каналов два компонента совпадают друг с другом по времени и при совместном присутствии размечены одним пиком.

В примере на рисунке 4.8 два компонента (изопентан и н-пентан) не могут быть одновременно идентифицированы на одной хроматограмме, даже если они будут присутствовать в пробе совместно. Один из компонентов будет “подтверждаться” первым и блокировать возможность подтверждения второго компонента.

Пример 2.

Показан на рисунке 4.9. Компонент А идентифицируется на двух каналах: “обычный” — на ПИД-1, “подтверждающий” — на ПИД-2. Интервал времени между временем поиска “обычного” компонента А на ПИД-1 и реальным временем пика составляет 0.012 мин; аналогичный интервал для “подтверждающего” компонента А на ПИД-2 составляет 0.116 мин. Компонент Б идентифицируется на канале ПИД-2. Интервал искомого и реального времени составляет 0.015 мин. Таким образом, в соответствии с алгоритмом идентификации (см. раздел 4.5.1) приоритетность при сортировке пар (пик — компонент) принадлежит компоненту А (разница времен 0.012 мин — против 0.015 мин для компонента Б). При идентификации компонент А будет идентифицирован на канале ПИД-1 и подтвержден на канале ПИД-2. Компонент Б не будет идентифицирован, т.к. его потенциальный пик будет занят “подтверждающим” компонентом А, хотя время удерживания последнего сильнее отличается от компонента Б.



Для исключения возможности появления подобных ситуаций рекомендуется:

- Подбирать неподвижные фазы хроматографических колонок, обеспечивающие наилучшее разделение компонентов анализируемой пробы.
- По возможности снизить интервалы пересечения временных шкал поиска компонентов путем снижения окна поиска.
- При неизбежности случаев “абсолютного” наложения для одного из компонентов не создавать подтверждающий компонент на втором канале.

При обработке хроматограмм после проведения расчета хроматограммы рекомендуется проводить проверку правильности идентификации компонентов, особенно тщательно в спорных случаях.

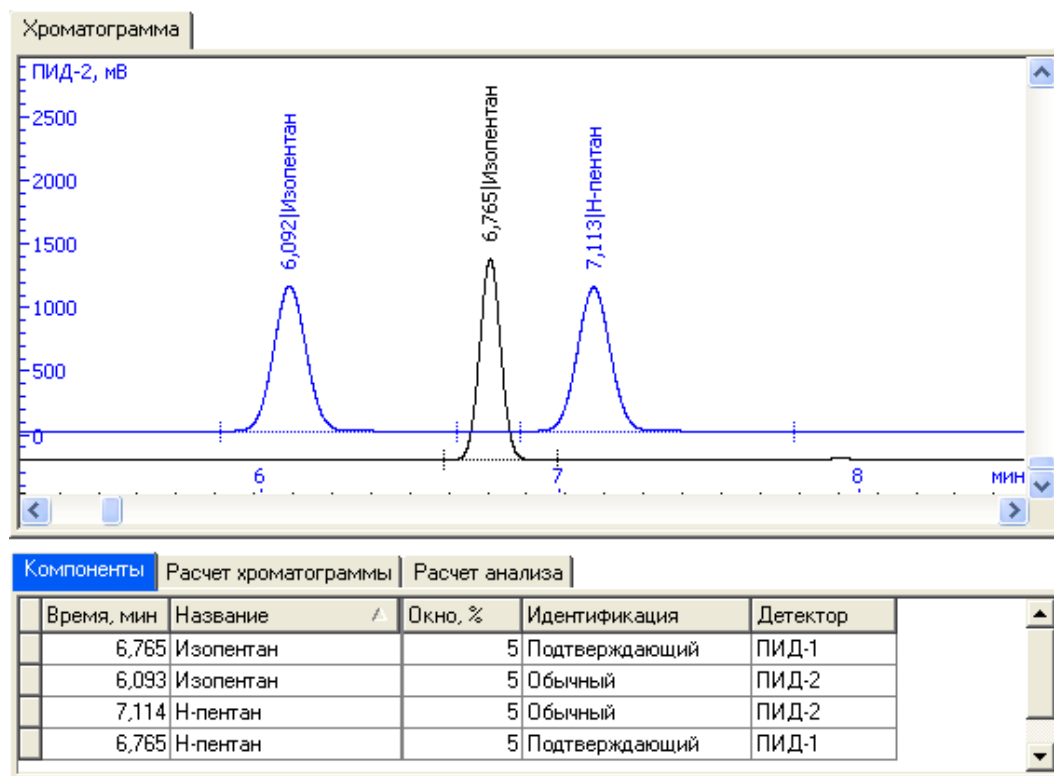


Рисунок 4.8. Особенности идентификации на двух каналах. Пример 1

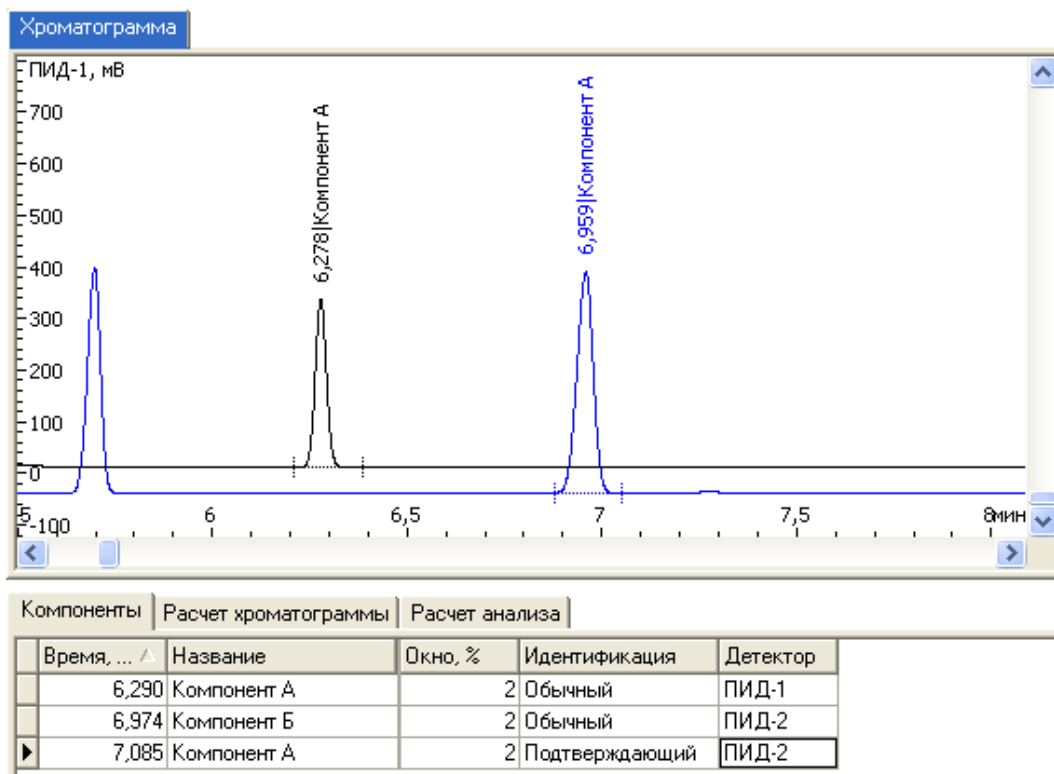


Рисунок 4.9. Особенности идентификации на двух каналах. Пример 2

4.6 Градуировка компонентов

Градуировка проводится с целью получения градуировочной зависимости, которая характеризует связь между величиной отклика детектора (площадь или высота пика) и количеством компонента в пробе. Градуировочная зависимость компонента в общем случае имеет вид:

$$Q(R) = K_2 R^2 + K_1 R + K_0,$$

где $Q(R)$ — количество компонента в пробе, R — отклик детектора, K_2, K_1, K_0 — градуировочные коэффициенты компонента (коэффициенты чувствительности детектора к компоненту).

Для получения градуировочной зависимости проводят анализы одного или нескольких образцов с известным содержанием анализируемых компонентов.



Концентрации компонентов в градуировочных смесях в идеале должны охватывать весь диапазон измеряемых концентраций. Для получения достоверных результатов анализ каждой градуировочной смеси проводят не менее 2-х раз.

По полученным результатам строится градуировочный график зависимости отклика пика от концентрации (рисунок 4.10).

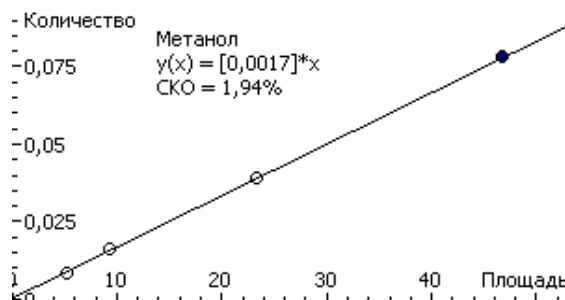


Рисунок 4.10. Градуировочный график зависимости отклика пика от концентрации

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

При многоточечной градуировке зависимость может быть аппроксимирована кривой любого, необязательно линейного типа. Градуировочные коэффициенты рассчитываются методом наименьших квадратов для кривой, наилучшим образом описывающей экспериментальные данные. Тип кривой для расчета выбирается оператором.

Если градуировочная зависимость представляет собой прямую линию, проходящую через начало координат $Q(R) = K_1 R$, она может быть построена по одной

точке (с применением одной градуировочной смеси с известными концентрациями компонентов).

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



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

В программах обработки хроматографической информации серии *Хроматэк Аналитик* одновременно строится два графика зависимости, по высоте и по площади. Таким образом, проведя градуировку, вы можете оценить воспроизводимость результатов каждого графика и выбрать отклик, наиболее удовлетворяющий условиям анализа.

Программы серии *Хроматэк Аналитик* поддерживает два типа градуировки: метод абсолютной градуировки и метод внутреннего стандарта.

В методе абсолютной градуировки количество вещества компонента рассчитывается по формуле:

$$Q = CV,$$

где C — концентрация компонента, V — объем вводимой пробы.

При градуировке методом внутреннего стандарта построение графиков идет в тех же осях, однако количество вещества компонента определяется по формуле:

$$Q = CW_{is}(R_{is})/C_{is},$$

где $W_{is}(r_{is})$ - расчетное количество внутреннего стандарта, C_{is} - известная концентрация внутреннего стандарта в смеси.

При этом для внутреннего стандарта $K_1 = 1$, а рассчитанный K_1 для компонента является относительным коэффициентом чувствительности детектора к компоненту по внутреннему стандарту.

При некоторых методах расчета, например, **методе внутренней нормализации**, часто используются относительные коэффициенты отклика детектора, которые бывают известны заранее. В этом случае можно, не выполняя градуировочных измерений, выбрать функцию вида $Q(R) = K_1 R$ и вручную задать значение коэффициента K_1 .

4.7 Количественный расчет

Количественный расчет — завершающая стадия количественного анализа, на которой производится расчет концентраций компонентов в пробе с неизвестным содержанием анализируемых компонентов. При проведении количественного расчета измеряют отклик анализируемого компонента и по имеющейся градуировочной зависимости рассчитывают его концентрацию.

Наиболее часто используются следующие методы количественного расчета.

4.7.1 Метод процентной нормализации

Метод процентной нормализации основан на том, что сумма площадей или высот всех пиков на хроматограмме принимается за 100%.

Этот метод не требует предварительной градуировки и предполагает ряд условий:

- все компоненты анализируемой пробы элюируются из колонки;
- все компоненты имеют одинаковые коэффициенты чувствительности детектора.

Концентрации вычисляются по формуле:

$$C_i^{\%} = R_i / \sum(R),$$

где R_i — отклик (площадь или высота) пика, $\sum(R)$ - сумма откликов всех пиков в канале хроматограммы.

4.7.2 Метод внутренней нормализации

В методе внутренней нормализации учитывают относительные коэффициенты чувствительности детектора к различным компонентам анализируемой смеси, заранее известные. Отклик каждого компонента пересчитывают с учетом этих коэффициентов. Сумму полученных откликов принимают за величину, равную коэффициенту нормализации. Коэффициент нормализации равен 100%, если детектируются все вещества анализируемой пробы. В противном случае содержание недетектируемых веществ определяют другими методами и уменьшают коэффициент нормализации на величину недетектируемых компонентов. Метод внутренней нормализации не применим, если на хроматограмме присутствуют зашкаленные пики.

Концентрацию вещества вычисляют по формуле:

$$C_i^{\%} = NW_i(R_i)M_i / \sum (W(R)M),$$

где N — коэффициент нормализации, $W(R)$ — построенная заранее градуировочная зависимость компонента, M — множитель.

В простейшем случае, когда градуировочная зависимость имеет вид:

$$W(R) = K_1 R,$$

где K_1 - относительный коэффициент чувствительности детектора к компоненту, формула принимает вид:

$$C_i^{\%} = NK_1 R_i M_i / \sum (K_1 R M).$$

4.7.3 Метод абсолютной градуировки

В методе абсолютной градуировки количество компонента в пробе определяют по предварительно полученной градуировочной зависимости. Важнейшими требованиями при проведении количественного анализа методом абсолютной градуировки являются точность дозирования образца пробы, а также строгое соблюдение условий хроматографирования при проведении градуировки и при определении содержания анализируемого компонента.

Количество вещества находится по градуировочной зависимости и корректируется с учетом множителя и разведения:

$$Q_i = W_i(R_i)M_iD.$$

Концентрация компонента равна отношению количества вещества компонента к объему введенной пробы:

$$C_i = W_i(R_i)M_iD/V,$$

где V — объем введенной пробы, D — разведение.

4.7.4 Метод внешнего стандарта

В методе внешнего стандарта предварительно определяют градуировочную зависимость (методом абсолютной градуировки) для компонента, взятого за внешний стандарт. Для остальных компонентов используют относительные коэффициенты чувствительности детектора по отношению к внешнему стандарту, заранее известные или определенные экспериментально. Расчет концентраций веществ методом внешнего стандарта осуществляется по формуле:

$$C_i = K_{1es} W_i(R_i) M_i D / V,$$

где K_{1es} — коэффициент чувствительности детектора к внешнему стандарту.

Этот метод справедлив только в случае линейной зависимости внешнего стандарта.

4.7.5 Метод внутреннего стандарта

Метод внутреннего стандарта основан на добавлении известного количества определенного вещества, называемого “внутренним стандартом”, к анализируемым смесям. Если относительные коэффициенты чувствительности детектора к компонентам по внутреннему стандарту не известны заранее, проводится градуировка с использованием смеси с известным содержанием анализируемого вещества и внутреннего стандарта.

Для определения градуировочной зависимости можно использовать либо метод абсолютной градуировки, либо метод внутреннего стандарта. Выбор метода расчета градуировочных коэффициентов определяется следующими факторами:

- Абсолютные коэффициенты позволяют проводить количественный расчет как методом абсолютной градуировки, так и методом внутреннего стандарта. Однако в этом случае необходимо дозирование точного объема пробы.
- При расчете коэффициентов методом внутреннего стандарта нет необходимости точного дозирования анализируемой пробы, а также исключается влияние изменений скорости газа-носителя и температуры колонки. Однако в этом случае может использоваться только линейная зависимость.

При количественном анализе неизвестной пробы к ней добавляют известное количество внутреннего стандарта и по полученной ранее зависимости рассчитывают содержание анализируемого компонента. Расчет производится с учетом множителя и разведения:

$$Q_i = Q_{is} W_i(R_i) M_i D / W_{is}(R_{is}),$$

или

$$C_i = C_{is} W_i(R_i) M_i D / W_{is}(R_{is}).$$



Обратите внимание на то, что в формуле C_{is} — это концентрация внутреннего стандарта в анализируемой пробе, и она не пересчитывается с учетом множителя.

4.8 Дополнительные расчеты



Описанные ниже дополнительные расчеты доступны только в программе обработки *Хроматэк Аналитик 2.5*

4.8.1 Расчет по неидентифицированным пикам

В некоторых анализах, когда некоторые определяемые компоненты имеют близкие коэффициенты чувствительности детектора и нет необходимости производить расчет по каждому из них, удобно использовать расчет по неидентифицированным пикам. Этот расчет возможен для методов внутреннего и внешнего стандарта, а также для метода внутренней нормализации.

В методе внутренней нормализации для неидентифицированных пиков $K_1 = 1$ и зависимость для этих компонентов принимает вид $W(R) = R$.

В методах внутреннего и внешнего стандарта коэффициенты чувствительности неидентифицированных пиков принимаются равными коэффициентам стандартов и формулы, соответственно, принимают вид:

для метода внутреннего стандарта

$$C_i = C_{is} S_i D / S_{is};$$

для метода внешнего стандарта

$$C_i = K_{1es} S_i D / V.$$

4.8.2 Расчет концентрации основного вещества

Иногда в результате анализа необходимо представить процентный состав пробы, в которой рассчитаны концентрации примесей, а основное вещество вычислено по формуле

$$C_o = 100\% - \sum(C_p),$$

где C_o — концентрация основного вещества, $\sum(C_p)$ — сумма концентраций примесей, %.

Концентрации примесей могут быть рассчитаны методами абсолютной градуировки, внутреннего или внешнего стандарта. При содержании в пробе недетектируемых примесей, их концентрацию, рассчитанную другими методами, можно внести в таблицу компонентов. В методах внутреннего и внешнего стандарта возможен расчет с учетом концентраций неидентифицированных пиков.

Концентрация недетектируемых примесей не пересчитывается с учетом множителя и разведения.

4.8.3 Расчет погрешности градуировки

Критерием правильности построения градуировочной зависимости является **погрешность**. Данный параметр показывает процентное отклонение расчетного значения концентрации компонента от его заранее известного значения. Расчетное значение концентрации определяется по заранее построенной градуировочной зависимости.

Таким образом, при проведении градуировки, заранее известная концентрация компонента в стандартном образце сравнивается с концентрацией этого же компонента, определенной по градуировочной зависимости. Если эта погрешность превысит допустимое методикой анализа значение, градуировка не может считаться удовлетворительной.

Расчет погрешности проводится по формуле:

$$K_i = 100|C_i - C_{i0}|/C_{i0},$$

где K_i — результат расчета погрешности, %; C_{i0} — концентрация i -го в образце для контроля; C_i — результат определения концентрации i -го в образце для контроля по градуировочной зависимости.

4.8.4 Расчет сходимости

Обычно при количественных измерениях для повышения достоверности одну и ту же пробу хроматографируют несколько раз, и за результат анализа принимают среднее значение результатов нескольких хроматограмм. Разброс результатов количественного расчета оценивается с помощью специального критерия, называемого **Сходимость**.

Расчет сходимости осуществляется по формуле

$$D = (C_{max} - C_{min}) * 100 / C_{cp}.$$

Глава 7

Хроматэк Аналитик 1.5

Программа предназначена для автоматизации работы с аппаратным комплексом на базе хроматографов “Кристалл-2000”, “Кристалл-2000М”, “Кристалл-2000М” и обработки данных, полученных в результате хроматографического анализа.

7.1 Основные сведения о программе

7.1.1 Запуск программы

Программа *Хроматэк Аналитик 1.5* может быть запущена в двух режимах:

- с подключением к *Панели управления* (режим on-line);
- без подключения к *Панели управления* (режим off-line).

При запуске программы *Панель управления* автоматически запускается и *Хроматэк Аналитик 1.5*. В этом случае программа *Хроматэк Аналитик 2.5* является активной, то есть может принимать от *Панели управления* хроматографическую информацию.

Если запустить *Хроматэк Аналитик 1.5* с помощью ярлыка на рабочем столе Windows (или из меню **Пуск**), она не будет связана с программой **Панель управления** и, следовательно, неактивна.

7.1.2 Главное окно программы

Главное окно программы *Хроматэк Аналитик 1.5*, показанное на рисунке 7.1 состоит из следующих элементов (сверху вниз):

- заголовок окна;
- главное меню;
- панель инструментов;
- рабочая область окна;
- строка состояния.

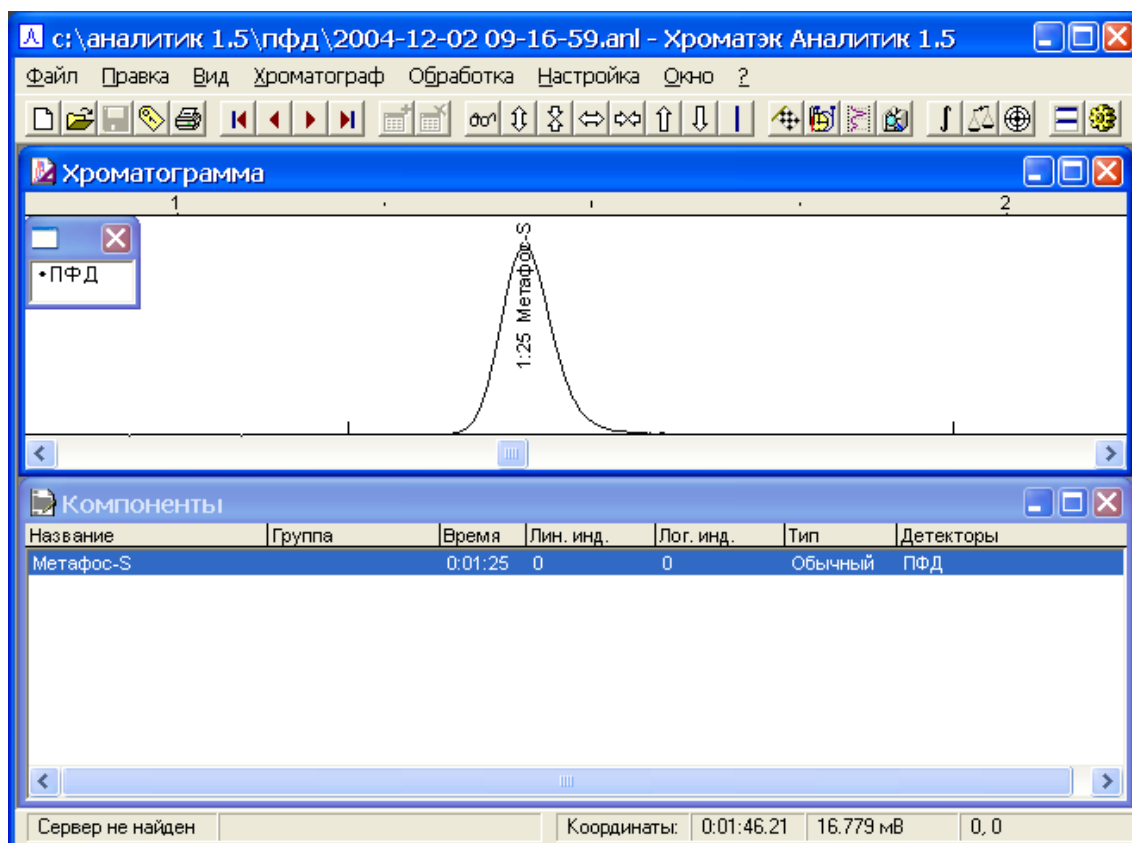


Рисунок 7.1. Главное окно программы

Заголовок главного окна *Хроматэк Аналитик 1.5* содержит информацию о названии открытого в данный момент файла и пути к нему.

Главное меню содержит набор команд, необходимых для работы с программой.

На панели инструментов расположены кнопки быстрого доступа, дублирующие наиболее часто используемые команды меню.

В рабочей области располагаются дочерние окна программы — **Хроматограмма** и **Компоненты**. Дочерние окна могут располагаться в главном окне каскадом (одно над другим) или мозаикой. Любое из окон может быть развернуто на весь экран. Подробнее о работе с окнами см. раздел 7.2.3.

Строка состояния расположена в нижней части окна программы. Она предназначена для индикации выполняемых программой операций. Когда курсор мыши находится над страницей **Хроматограмма**, в строке состояния выводятся координаты курсора (время и значение сигнала) и размер выведенного на экран участка хроматограммы. Кроме того, если курсор мыши остановлен над какой-либо кнопкой панели инструментов или выбран какой-либо пункт меню, в строке состояния выводится подсказка о назначении соответствующего элемента.

Анализ водки	Нулевой [1:27:13]	Координаты:	0:06:06.65	23.291 мВ	0, 0	Размер:	0:10:02.99	21.419 мВ	0, 0
--------------	-------------------	-------------	------------	-----------	------	---------	------------	-----------	------

Рисунок 7.2. Строка состояния

7.1.3 Меню и панель инструментов

Меню содержит набор команд программы *Хроматэк Аналитик 1.5*. На панели инструментов расположен базовый набор кнопок быстрого доступа.

Если в программе не открыто ни одного файла, большая часть кнопок на панели инструментов недоступна.

Назначение каждой кнопки панели инструментов приведено в таблице 7.1.

Таблица 7.1. Кнопки панели инструментов

Кнопка	Выполняемое действие
	Создание нового метода
	Открыть хроматограмму или метод
	Сохранить хроматограмму
	Паспорт хроматограммы
	Печать отчета
	Перейти к первой хроматограмме в текущей папке
	Перейти к предыдущей хроматограмме в текущей папке
	Перейти к следующей хроматограмме в текущей папке
	Перейти к последней хроматограмме в текущей папке
	Добавить компонент
	Удалить компонент
	Показать надписи над пиками
	Растянуть хроматограмму по вертикали
	Сжать хроматограмму по вертикали
	Растянуть хроматограмму по горизонтали
	Сжать хроматограмму по горизонтали
	Сдвинуть хроматограмму вверх на 1/10 экрана
	Сдвинуть хроматограмму вниз на 1/10 экрана
	Показать на хроматограмме линию маркера
	Запустить метод
	Передать режим хроматографу
	Запустить на выполнение сеанс (запись хроматограммы)
	Показать <i>Панель управления</i>
	Интегрировать хроматограмму
	Выполнить количественный расчет
	Калибровка
	Расположить дочерние окна мозаикой
	Открыть дополнительное окно

7.1.4 График

Хроматэк Аналитик 1.5 предоставляет широкие возможности при работе с графической информацией.

Основные элементы графика хроматограммы представлены на рисунке 7.3.

При работе с графиком *Хроматэк Аналитик 1.5* позволяет:

- масштабировать график в реальном времени, увеличивая и уменьшая на нем некоторую прямоугольную область;
- отображать многоканальные хроматограммы, содержащие, как сигналы с детекторов, так и диагностическую информацию (например: значения температур, расходов, напряжений детекторов и др.);
- корректировать пики на хроматограмме вручную;

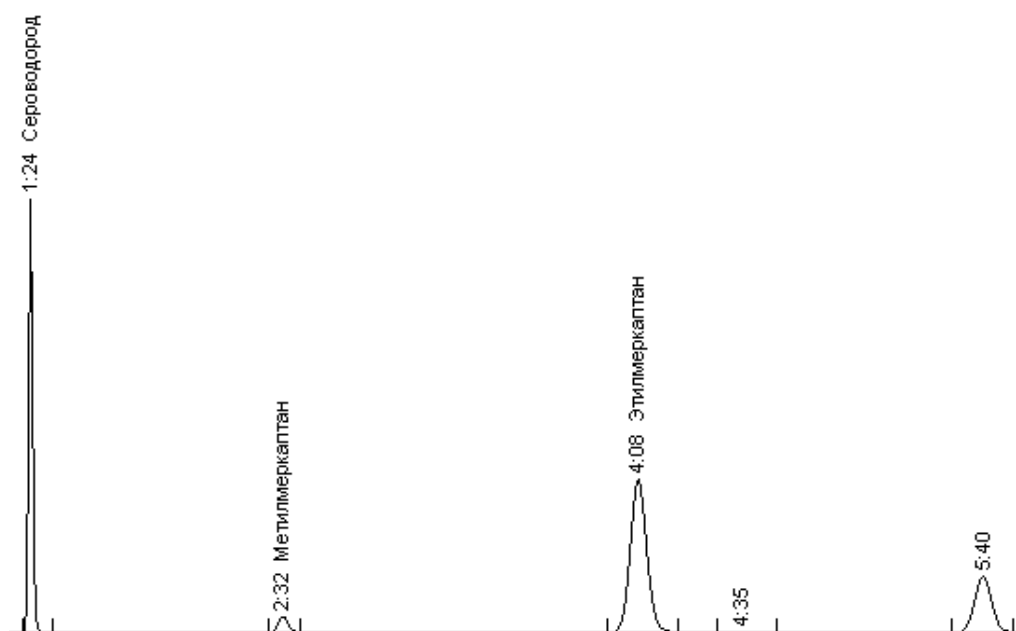


Рисунок 7.3. Пример графика хроматограммы

Подробно работа с графиком описана в разделе 7.3.3

7.2 Настройка программы

7.2.1 Настройка параметров анализа

Команда меню **Настройка | Анализ** выводит диалог **Анализ**, показанный на рисунке 7.4, в котором задаются параметры автоматического проведения анализа.

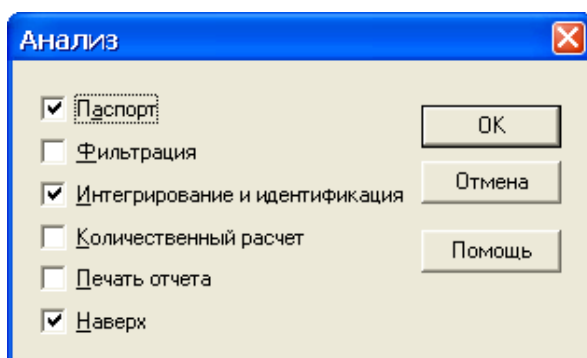


Рисунок 7.4. Настройка анализа

- Отметьте опцию **Паспорт** для того, чтобы сразу после начала анализа автоматически предлагалось заполнение паспорта хроматограммы.
- Для того, чтобы по окончании анализа автоматически была запущена **фильтрация** хроматограммы, отметьте соответствующую опцию.
- Установите признак **Интегрирование и идентификация**, чтобы эти процессы были выполнены автоматически после завершения анализа.
- Отметьте опции **Количественный расчет** и **Печать отчета**, если хотите, чтобы данные операции были выполнены автоматически после завершения анализа (обычно, эти опции не устанавливаются, поскольку после получения хроматограммы, рекомендуется провести предварительную визуальную оценку и, при необходимости, корректировку пиков).
- Если у вас на компьютере запущено несколько программ (например, вы набираете документ в редакторе MS Word), то указав опцию **Наверх**, после анализа программа Хроматэк Аналитик станет активной программой.

7.2.2 Настройка параметров отчета

Команда меню **Настройка | Отчет** выводит диалог **Отчет**, показанный на рисунке 7.5. В данном диалоге отметьте те элементы отчета, которые будут выведены на печать.

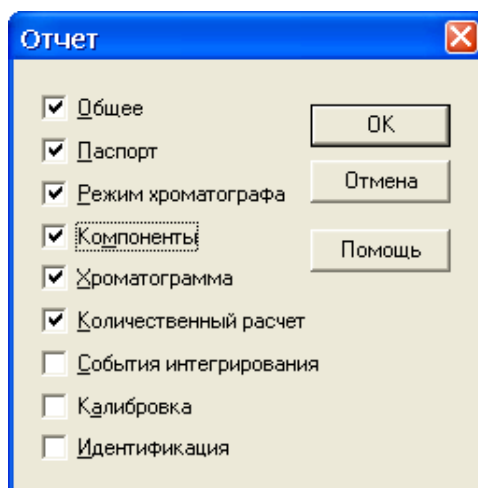


Рисунок 7.5. Настройка отчета

7.2.3 Работа с окнами

Команда меню **Окно | Каскад** строит окна таким образом, что все они имеют одинаковый размер и у каждого перекрытого окна виден лишь заголовок (рисунок 7.6).

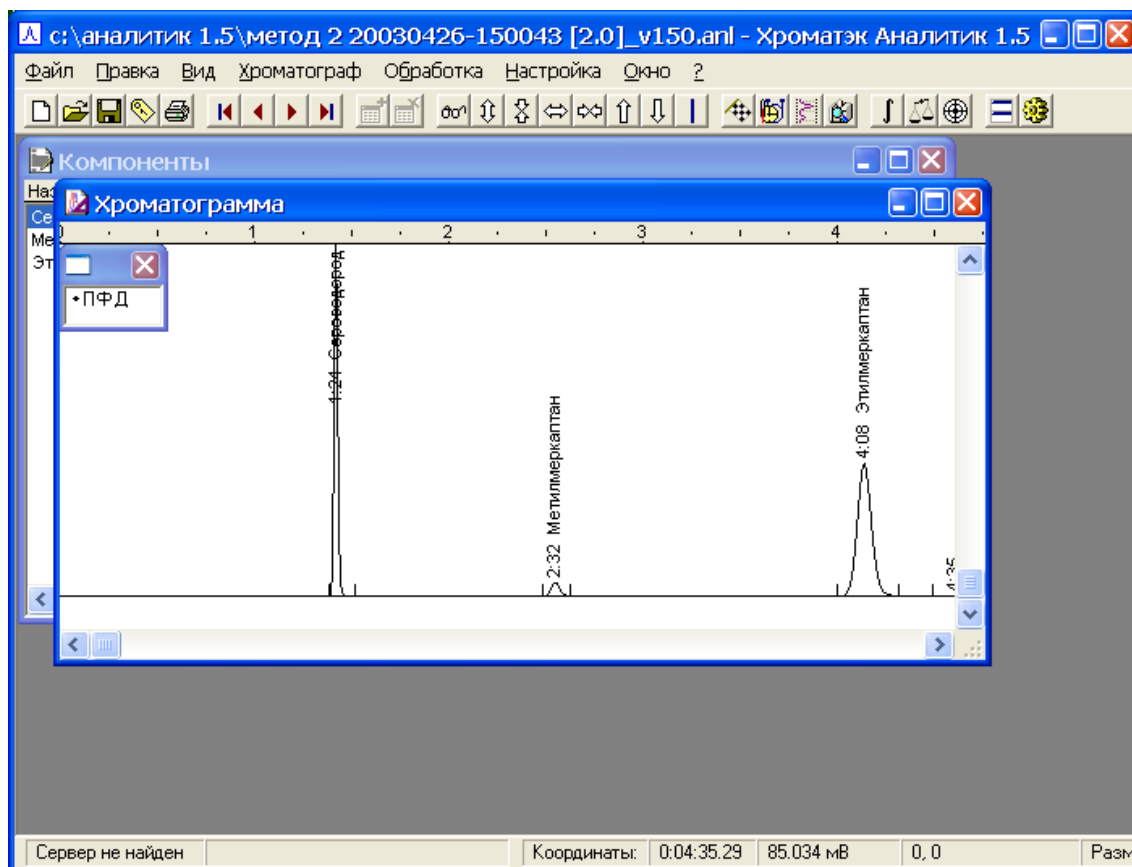


Рисунок 7.6. Размещение дочерних окон каскадом

Команда меню **Окно | Мозаика** строит окна таким образом, что они располагаются, не перекрываясь, друг под другом (рисунок 7.7).

Команда меню **Окно | Упорядочить значки** упорядочивает все минимизированные окна, расставляя их равномерно в левом нижнем углу программного окна (рисунок 7.8).

Команда меню **Окно | Заккрыть** все закрывает все открытые окна.

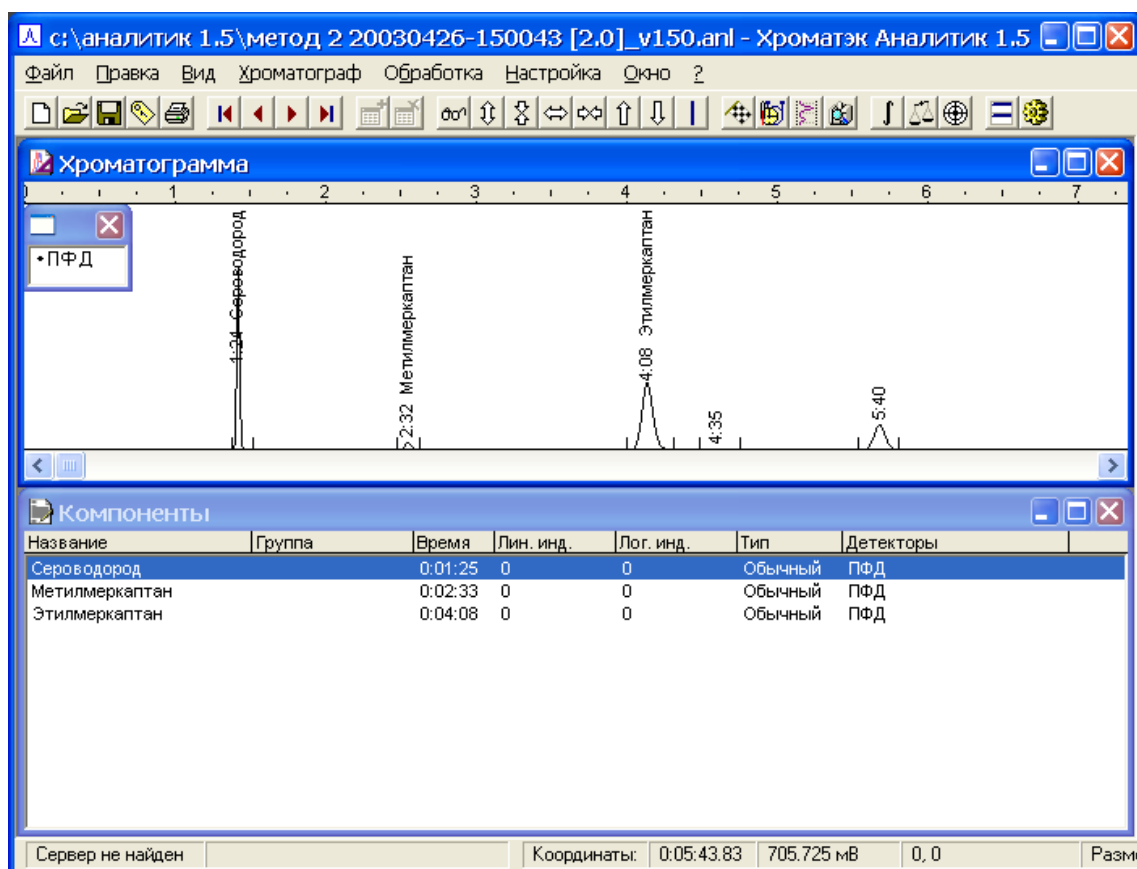


Рисунок 7.7. Равномерное размещение дочерних окон

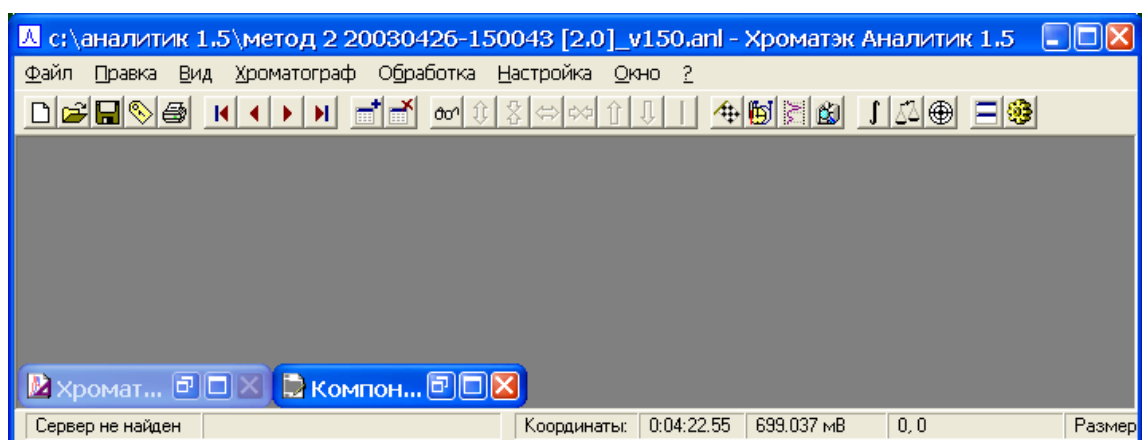


Рисунок 7.8. Минимизация дочерних окон

7.3 Обработка хроматограмм

7.3.1 Особенности работы в процессе снятия хроматограмм. Вспомогательное окно

Программа *Хроматэк Аналитик 1.5* позволяет выполнять обработку хроматограмм, как в процессе анализа, так и по его окончании. Во время снятия хроматограммы некоторые функции программы, например навигация по снятым ранее хроматограммам проекта, корректировка градуировочного графика, запрещены. Тем не менее, часто требуется на этом этапе получить доступ ко всем возможностям программы. Если возникла такая необходимость, запустите вспомогательное окно программы, для этого:

- выберите в меню **Окно** команду **Главное**;
- в появившемся на экране диалоге **Главное окно** (7.9) нажмите на кнопку **Новое**.

В новом (вспомогательном) окне доступны любые действия по обработке и просмотру хроматограмм, как текущей папки, так и любой другой.

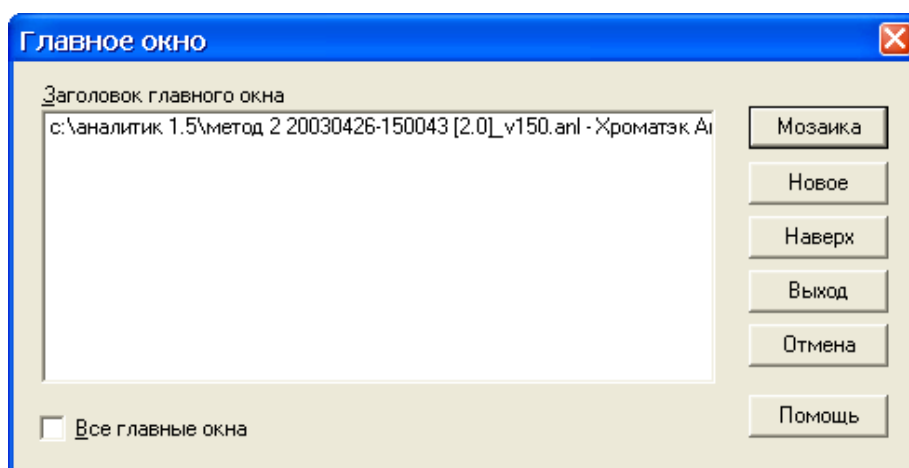


Рисунок 7.9. Диалог “Главное окно”

7.3.2 Заполнение паспорта хроматограммы

Назначение паспорта — хранение различных параметров хроматограммы. Поля паспорта, помимо обязательной информации (участвующей в хроматографических расчетах) могут содержать и необязательную, такую, как фамилия оператора, описание колонки, различные комментарии. Для удобства навигации по проекту, быстрого поиска нужной хроматограммы, не рекомендуется пренебрегать заполнением паспорта этих полей.

Диалог **Паспорт** активизируется автоматически при старте анализа, если при проведении настройки проекта была включена соответствующая опция (см. раздел 7.2.1). Окно диалога показано на рисунке 7.10.

The screenshot shows a Windows-style dialog box titled "Паспорт" (Passport). It contains the following fields and controls:

- Название** (Name): Text box containing "Анализ природного газа".
- Оператор** (Operator): Text box containing "Иванов И.И.". To the right are buttons "ОК", "Отмена" (Cancel), and "Помощь" (Help).
- Объем, мкл** (Volume, µl): Text box containing "1000".
- Единица концентрации** (Concentration unit): Text box containing "об %".
- Проба** (Sample): Text box containing "ПГС".
- Колонка** (Column): Text box containing "Наузер N".
- Комментарии** (Comments): Text area containing "Анализ природного газа на ДТП" and "Калибровка".
- Мертвое время** (Dead time): Text box containing "0:00:00".

Рисунок 7.10. Паспорт хроматограммы

В данном диалоге:

- Введите **Название** анализа.
- В поле **Оператор** введите фамилию оператора. Форма записи — произвольная.
- Введите **Объем** и **единицу концентрации** анализируемой пробы.
- Введите **Название пробы**.

- Введите в поле **Колонка** параметры хроматографической колонки на которой происходило разделение компонентов пробы. Форма записи — произвольная.
- Если есть необходимость, внесите **Комментарии** к данному анализу.

7.3.3 Визуальная оценка хроматограммы. Работа с графиком

После снятия хроматограммы (или в процессе снятия) рекомендуется оценить уровень и характер шумов с тем, чтобы принять решение о целесообразности применения фильтрации (подробно фильтрация описана в разделе 7.3.4). Так же необходимо производить визуальную оценку хроматограммы после выполнения интегрирования (см. раздел 7.3.5) для того, чтобы принять решение о необходимости ручной корректировки пиков (см. раздел 7.3.7).

По умолчанию автоматически устанавливается масштаб, при котором видна вся хроматограмма. Для того, чтобы оценить характер хроматограммы у подножия пиков, необходимо воспользоваться операциями масштабирования. Масштабирование хроматограммы может быть осуществлено с помощью команд меню **Вид**, но наиболее удобно выполнять его с помощью мыши и клавиатуры. Используются следующие клавиши:

- Растягивание хроматограммы по амплитуде — **Стрелка вверх**.
- Сжатие хроматограммы по амплитуде — **Стрелка вниз**.
- Растягивание хроматограммы по времени — **Стрелка вправо**.
- Сжатие хроматограммы по времени — **Стрелка влево**.

Для того, чтобы увеличить некоторый участок хроматограммы нажмите левую кнопку мыши в одном из углов интересующей области и, не отпуская, переместите указатель мыши в противоположный угол. После отпускания кнопки выбранная область будет увеличена.

Для того чтобы вернуться к отображению на экране всей хроматограммы:

- или выполните на любом месте хроматограммы двойной щелчок мыши;
- или нажмите клавишу **Enter** (окно **Хроматограмма** должно быть активно).

Использование маркера

Вертикальная линия маркера на графике хроматограммы используется в основном, при проведении ручной корректировки пиков (см. раздел [7.3.7](#)). При установке курсора на какую-либо строку таблицы **Компоненты**, маркер на хроматограмме автоматически устанавливается в позицию, соответствующую времени удерживания данного компонента.

Для отображения маркера, в меню **Вид** выберите команду **Маркер**.

7.3.4 Фильтрация хроматограммы

Иногда высокое значение уровня шума детектора затрудняет обработку хроматограммы (особенно в случае разметки небольших пиков) и снижает предел детектирования. В этом случае допускается применение фильтрации. В *Хроматэк Аналитик 1.5* применяется два метода фильтрации: **медианная** и **гауссова**.



Подробно фильтрация хроматограмм описана в разделе [4.3](#).

Для запуска фильтрации:

- Выберите команду **Фильтрация** в меню **Обработка**.
- На экране появится диалоговое окно, показанное на рисунке [7.11](#), установите в нем значение **степени сглаживания** и нажмите кнопку **ОК**.

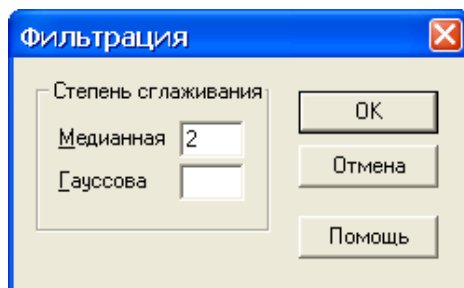
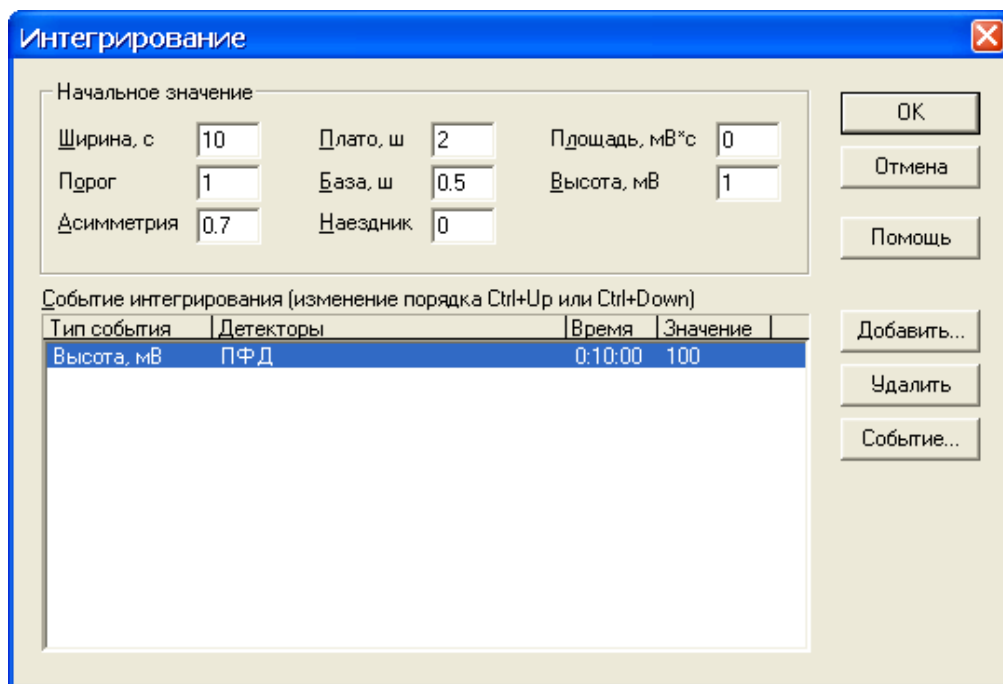


Рисунок 7.11. Диалог “Фильтрация”

7.3.5 Интегрирование

Назначение интегрирования — обнаружение пиков на хроматограмме, разметка, расчет их площадей и высот. Диалог настройки интегрирования показан на рисунке 7.12



Тип события	Детекторы	Время	Значение
Высота, мВ	ПФД	0:10:00	100

Рисунок 7.12. Задание параметров интегрирования

Для запуска диалога выберите команду **Интегрирование** в меню **Обработка**. В появившемся на экране диалоговом окне введите в соответствующих полях значения параметров интегрирования.



Наиболее важным параметром при обнаружении пиков на хроматограмме является параметр “Ширина”. Более подробно, параметры интегрирования описаны в разделе 4.4.

Иногда, подбором параметров интегрирования, удастся добиться корректной разметки пиков лишь на небольшом участке хроматограммы (обычно в ее начале), тогда как на значительной ее части результаты интегрирования неудовлетворительны. К тому же, во многих анализах, на хроматограмме могут присутствовать пики, не участвующие в расчете, их разметка мешает визуальному восприятию хроматограммы. Для тонкой настройки разметки пиков на хроматограмме могут быть использованы **События интегрирования**.

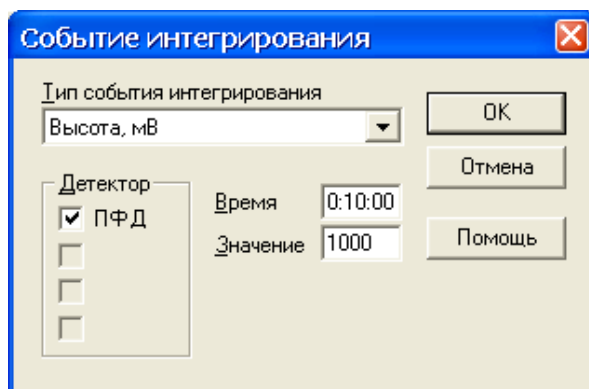


Рисунок 7.13. Создание события интегрирования

Пример создания события интегрирования.

Для создания события интегрирования:

- В диалоговом окне **Интегрирование** нажмите кнопку **Добавить**. На экране появится диалоговое окно создания нового события интегрирования (см. рисунок 7.13).
- В данном диалоге выберите из выпадающего списка **тип события интегрирования**, например **Высота, мВ**.
- При работе с многоканальной хроматограммой выберите **Детектор** для которого будет выполнено событие интегрирования.
- Задайте **Время**, начиная с которого начнет выполняться данное событие (в нашем примере — 10 минут).
- Задайте значения параметра интегрирования (1000).



Результат работы только что созданных событий интегрирования будет следующим: на канале ПФД, начиная с 10 минут будут размечены только те пики, чья высота больше 1000 мВ.

Если вы хотите удалить событие интегрирования, выделите его мышью в списке и нажмите кнопку **Удалить**.

Событие интегрирования действует по заданному детектору с указанного момента времени до следующего аналогичного события или до окончания хроматограммы.



Настройка алгоритма разметки с использованием событий интегрирования имеет смысл, если ожидается обработка серии хроматограмм со сходными, повторяющимися особенностями базовой линии. В противном случае рекомендуются ручная коррекция пиков. Если в канале хроматограммы присутствуют пики созданные или измененные вручную, то автоматического обнаружения новых пиков в данном канале не производится.

7.3.6 Идентификация

Назначение идентификации — установка соответствия между заранее заданными компонентами и обнаруженными пиками на хроматограмме. Диалог настройки данной операции показан на рисунке 7.14.

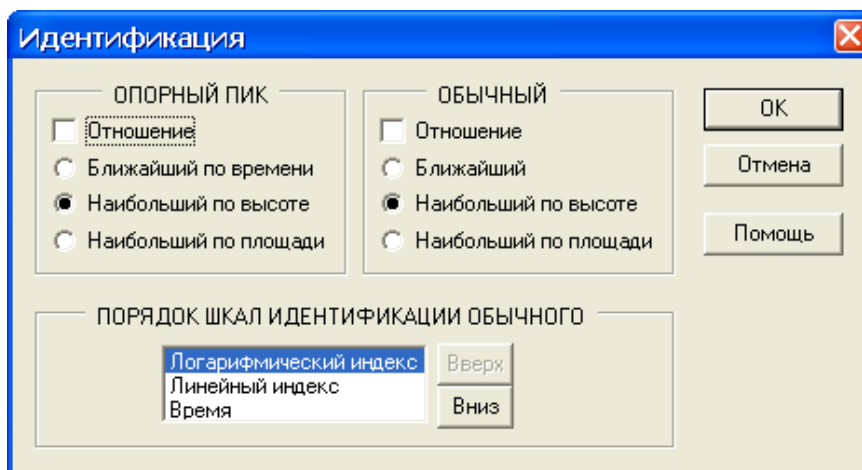


Рисунок 7.14. Настройка параметров идентификации пиков

Для запуска диалога выберите команду **Идентификация** в меню **Обработка**.

Для настройки идентификации:

- Выберите параметр, по которому будут идентифицироваться опорные пики, при попадании нескольких пиков в окно удерживания компонента.
- Выберите параметр идентификации обычных пиков.
- Используя кнопки **Вверх** и **Вниз** установите порядок шкал идентификации обычных пиков.

В общем случае, схема идентификации пиков на хроматограмме может быть следующей: опорные пики — по высоте, обычные пики — ближайший по шкале, порядок шкал следующий: логарифмический индекс, линейный индекс, время.



Более подробная информация представлена в разделе 4.5.

7.3.7 Ручная корректировка и удаление разметки пиков

С помощью настройки параметров операции **Интегрирование** в последовательности **Расчет хроматограммы** не всегда удается добиться автоматической корректной разметки пиков на хроматограмме. Для устранения этой проблемы прямо на графике хроматограммы можно визуальным образом откорректировать положение характерных точек пика. Кроме того, некоторые пользователи всегда производят расстановку пиков вручную.

Существуют следующие типовые операции по ручному редактированию пиков на хроматограмме:

- создание нового пика в активном канале;
- корректировка положения точек начала, вершины и окончания выделенного пика;
- удаление выделенного пика.

Ручная корректировка пиков выполняется с помощью маркера и команд, расположенных в меню **Правка**. Каждый пик имеет три реперные метки: начало пика, вершину и конец. Для того, чтобы изменить скорректировать разметку пика, необходимо переместить эти метки. Новое положение метки указывается с помощью маркера, после чего выполняется команда перемещения (в зависимости от того, какую метку требуется переместить, используются команды **Начало пика**, **Вершина пика** и **Конец пика**).

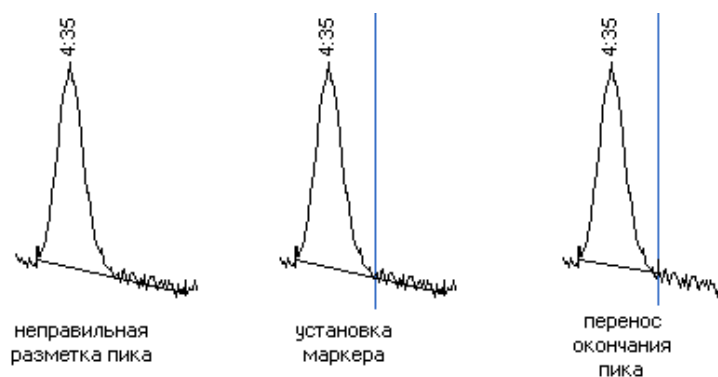


Рисунок 7.15. Корректировка разметки пиков

Пример ручной корректировки пиков.

Рассмотрим процесс корректировки пиков на следующем примере неправильной разметки (рисунок 7.15). Для показанного на данном рисунке пика неправильно задано окончание. Для его коррекции необходимо выполнить следующие действия:



- отобразить на экране маркер с помощью соответствующей команды из меню **Вид**;
- подвести маркер с помощью мыши к месту, в котором, по нашему мнению, должен располагаться пик;
- выбрать в меню **Правка** команду **Конец пика**.

Окончание пика перенесено в новую позицию.

Иногда, при проведении корректировки разметки пиков удобно не переносить реперные метки пика, а удалить его и нарисовать вручную заново. Для того, чтобы удалить пик, установите маркер внутрь пика и выберите в меню **Правка** команду **Удалить пик**. После этого нажмите на клавиатуре клавишу **Ctrl** (ее необходимо удерживать во время все й процедуры рисования пика), подведите курсор мыши к нулевой линии хроматограммы и, нажав левую кнопку, удерживая ее (за курсором потянется “резиновая нить”), подведите курсор к месту, в котором нужно разместить окончание пика. Отпустите кнопку мыши и клавишу **Ctrl**. На появившийся запрос **Добавить пик?** ответьте **Да**.



После проведения ручной корректировки пиков на хроматограмме, при выполнении **Интегрирования**, пики будут размечены автоматически и, соответственно, вся ручная корректировка будет уничтожена, поэтому ее следует выполнять только после проведения автоматического интегрирования.

7.3.8 Создание и изменение компонентов

Для создания нового компонента активизируйте окно **Компоненты** щелчком мыши в любой его области. В меню **Правка** выберите команду **Добавить компонент**. На экране появится окно настройки свойств компонента (рисунок 7.16).

Название	Концентрация	Объем, мкл	Площадь, мВ*сек
2004-12-02 09-16-59	0.01	1	98.925
2004-12-02 09-23-22	0.01	1	91.505
2004-12-02 09-40-36	0.01	1	90.669

Рисунок 7.16. Диалог настройки свойств компонента

В данном диалоговом окне:

- Введите **Название** компонента и, при необходимости, укажите **группу** веществ, к которой он относится.
- Задайте **Ведущий** детектор — детекторный канал для которого будет выполняться количественный расчет данного компонента. В случае многоканальной хроматограммы отметьте **Рабочие детекторы**).



В случае многоканальной хроматограммы данный компонент будет количественно рассчитан только в том случае, если его пики идентифицированы на всех каналах, выбранных в группе **Рабочие детекторы**, причем расчет ведется по каналу, указанному, как **Ведущий**. Например, если на хроматограмме присутствуют два детекторных канала — ТИД и ЭЗД, оба они отмечены в группе рабочих детекторов, ведущим объявлен ТИД. Пик компонента, присутствующий на канале ТИД будет количественно рассчитан только если он идентифицирован, так же, и на канале ЭЗД. Если для ЭЗД убрать признак **рабочий детектор**, компонент на канале ТИД будет количественно рассчитан в любом случае.

- Выберите **Тип компонента** — **Обычный** или **Опорный**. Тип **опорный** используется при идентификации по индексам удерживания.
- Укажите **Время удерживания** компонента.
- Задайте **Окно, %** — максимально допустимое процентное отклонение реального времени удерживания от заданного, при котором пик данного компонента будет идентифицирован.
- В случае применения метода идентификации пиков по индексам удерживания, задайте логический индекс (**Лог.индекс**) или линейный (**Лин.индекс**)
- В случае применения метода идентификации пиков по индексам удерживания, задайте **Окно, инд** — максимально допустимое отклонение значения индекса удерживания от заданного, при котором пик данного компонента будет идентифицирован.
- Выберите из выпадающего калибровочную **Функцию**.
- Выберите тип **Отклика** который будет отображаться в таблице калибровочных уровней, в нижней части данного диалогового окна.



Другие элементы диалога настройки свойств компонента описаны в разделе [7.3.9](#), посвященном проведению калибровки.

7.3.9 Калибровка

Калибровка проводится с целью получения калибровочной зависимости. Это зависимость между величиной отклика детектора (площадь или высота пика) и количеством компонента в пробе.

На этапе получения зависимости задаваемой величиной является количество компонента (задаются концентрация компонента и объем пробы), а определяемой — величина отклика детектора. На этапе проведения обычного “измерительного” эксперимента известным оказывается отклик детектора, а количество рассчитывается по зависимости.

Калибровка может проводиться по одной калибровочной смеси (одноточечная) или по нескольким (многоточечная). При одноточечной калибровке калибровочная зависимость представляет собой прямую, проходящую через начало координат. При многоточечной калибровке обычно используется также линейная зависимость, но для получения ее коэффициентов используется несколько калибровочных экспериментов, что обеспечивает более высокую точность вычислений и надежность получаемых результатов. Многоточечная калибровка дает также возможность при необходимости использовать нелинейные калибровочные зависимости или линейную зависимость, не проходящую через начало координат (см. рисунок 7.17).



Рисунок 7.17. Калибровочная зависимость

Калибровочные хроматограммы служат источником информации об ожидаемых временах удерживания компонентов. На основании калибровочных хроматограмм создается таблица компонентов с названиями компонентов, ожидаемыми временами удерживания и другой сопутствующей информацией.

- Выберите команду меню **Обработка | Калибровка**.
- В диалоге **Калибровка** (рисунок 7.18) нажмите **Добавить**. Данной командой программа заносит данные пиков идентифицированных компонентов в таблицы калибровочных уровней компонентов, то есть добавляет уровень, заполняя его данными хроматограммы. Объем пробы и единица концентрации в калибровочном уровне берутся из паспорта. Название уровня соответствует имени файла, из которого берутся данные.

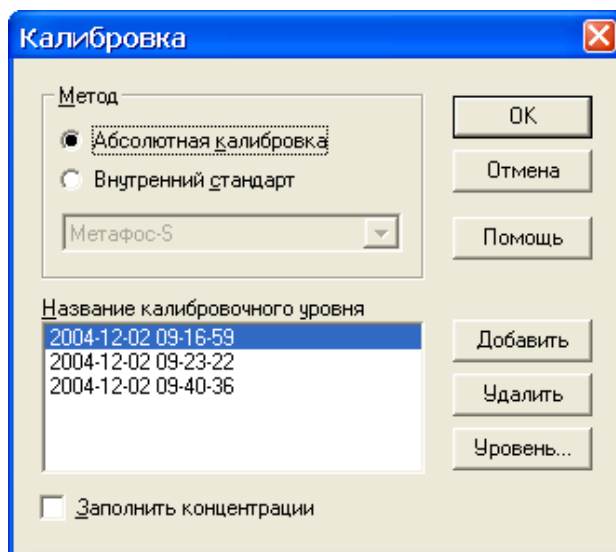


Рисунок 7.18. Добавление калибровочного уровня

- Выберите компонент левой кнопкой мыши в окне **Компоненты**.
- Выберите команду меню **Правка | Компонент**. На экране появится окно настройки свойств компонента (см. рисунок 7.16).
- Нажмите кнопку **Уровень**.
- Введите концентрацию компонента и нажмите **ОК**.

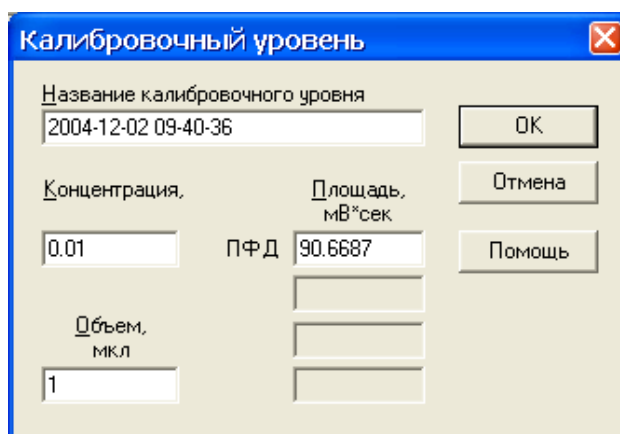


Рисунок 7.19. Внесение концентрации в калибровочный уровень

Кроме добавления, удаления и редактирования калибровочных уровней в диалоге **Компонент** вводятся также другие параметры калибровки компонента.

- Выберите отклик (площадь или высоту пика). Если пики узкие и высокие, то высота измеряется более точно, чем площадь. Если температура

колонки недостаточно стабильна, что имеет решающее значение для концентрации компонента в выходящем из колонки газе, то расчеты, основанные на использовании высот пиков, не пригодны. В противоположность этому, если нельзя обеспечить нужную стабильность скорости потока, то расчеты по площадям производить нельзя, и предпочтительно использование высоты пиков. Для несимметричных пиков расчеты, основанные на высотах, непригодны.

- При некоторых методах расчета, например методом внутренней нормализации, часто используются относительные коэффициенты отклика детектора, которые часто бывают известны заранее. При этом не нужно выполнять описанную выше калибровку, а просто занести этот коэффициент в K_1 (если вы уже добавили уровень нажмите кнопку **Удалить**). При наличии калибровочных уровней коэффициенты для подстановки в калибровочную функцию рассчитываются автоматически.
- Откалибровав компоненты по одной хроматограмме, проведите еще несколько калибровочных анализов с разным количественным составом проб. После каждого анализа проводите калибровку.

Таким образом, компоненты будут содержать по несколько калибровочных уровней, что позволит точнее определять количество вещества. Количество калибровочных уровней не ограничено.

- Выберите функцию. В большинстве случаев используется функция $y(x) = K_1x$ — линейная, проходящая через ноль. Функция $y(x) = K_1x + K_0$ — линейная, не проходящая через ноль. Функция $y(x) = K_2x^2 + K_1x$ — парабола, проходящая через ноль. Функция $y(x) = K_2x^2 + K_1x + K_0$ — парабола, не проходящая через ноль.

При одноточечной калибровке калибровочная зависимость является прямой, проходящей через начало координат и точку калибровочного уровня. Многоточечная калибровка означает, что проводится несколько измерений для определения калибровочной зависимости и на графике имеется несколько точек. В этом случае зависимость может быть аппроксимирована кривой любого, необязательно линейного, типа.

При наличии нескольких калибровочных уровней рассчитывается СКО в процентах по выбранному отклику. Методом наименьших квадратов рассчитываются калибровочные коэффициенты K_2, K_1, K_0 для выбранной функции. Выбирается такая функция, которая наилучшим образом описывает экспериментальные данные.

- Сохраните на диске методику. Для этого выберите команду меню **Файл | Сохранить как**. В открывшемся диалоге **Сохранить как** введите **Имя файла**, например “metod”, укажите **Каталог**, куда следует сохранить методику, нажмите кнопку **ОК** для сохранения.

Примечание: в каталоге **Analytic**, вы можете создать подкаталог для хранения методик, либо создавать отдельный каталог для каждой методики

(хроматограммы по умолчанию будут записываться в тот же каталог, где записана методика, на основе которой они получены).

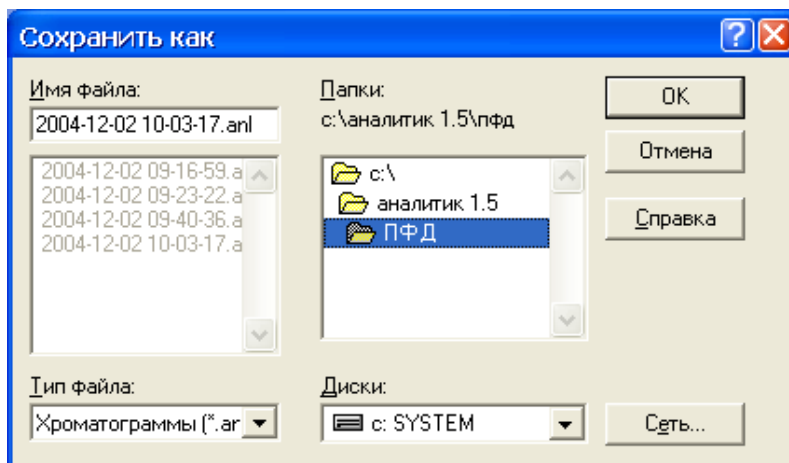


Рисунок 7.20. Сохранение методики на диске

Далее в процессе работы при изменении методики вы можете сохранять методику по мере необходимости командой меню **Файл | Сохранить**. Измененная методика запишется поверх старой. Если вы захотите закрыть методику, например, при выходе из программы, программа всегда напомнит вам о сохранении, если вы что-то изменили.

7.3.10 Импорт компонентов и калибровочных уровней

Команда меню **Файл | Импортировать** позволяет скопировать в открытый или вновь созданный файл методики (хроматограммы) компоненты другого файла.

Если компонент уже есть в импортируемом файле (определяется по названию), то из данного файла добавляются только новые калибровочные уровни (определяется по названию уровня).

Импорт бывает полезно использовать при калибровке (сняв несколько хроматограмм можно импортировать из них калибровочные уровни в последнюю хроматограмму).

7.3.11 Количественный расчет

Назначение — расчет концентраций компонентов и процентных соотношений. Диалог настройки данной операции показан на рисунке 7.21.

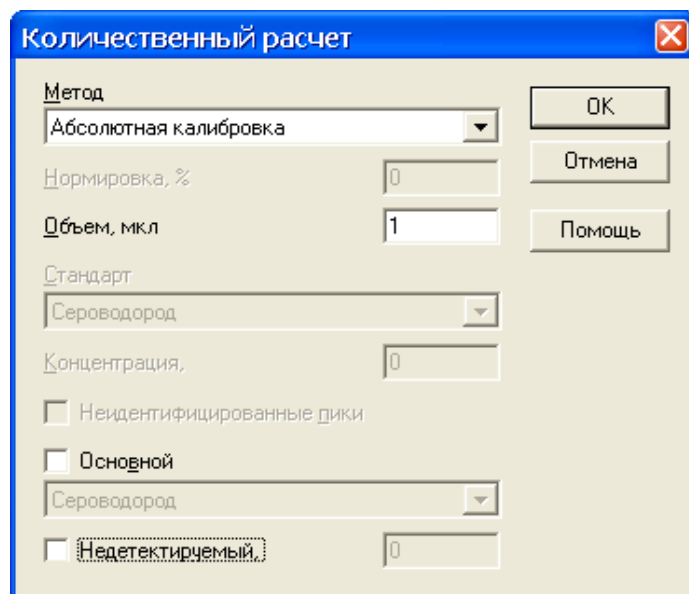


Рисунок 7.21. Диалог “Количественный расчет”

В данном диалоге:

- Задайте метод расчета.
- При расчете методом процентной нормализации выберите тип отклика (площадь или высота), по которому будет производиться расчет.
- В случае расчета методом внутренней нормализации укажите значение **нормировку, %**;
- В случае расчета абсолютной градуировкой, задайте объем введенной пробы;
- При расчете методом внешнего стандарта выберите в выпадающем списке компонент-стандарт и укажите объем введенной пробы. При расчете методом внутреннего стандарта дополнительно укажите концентрацию стандарта.
- При необходимости выберите расчет по неидентифицированным пикам.



Более подробная информация представлена в разделе 4.7.

7.4 Работа с файлами хроматограмм

Открытие файла

Команда меню **Файл | Открыть** вызывает диалог **Открыть**, в котором вы можете выбрать хроматограмму (метод) для загрузки. Для упрощения поиска нужно хроматограммы, в диалоге отображается содержимое паспорта файла хроматограммы (метод).

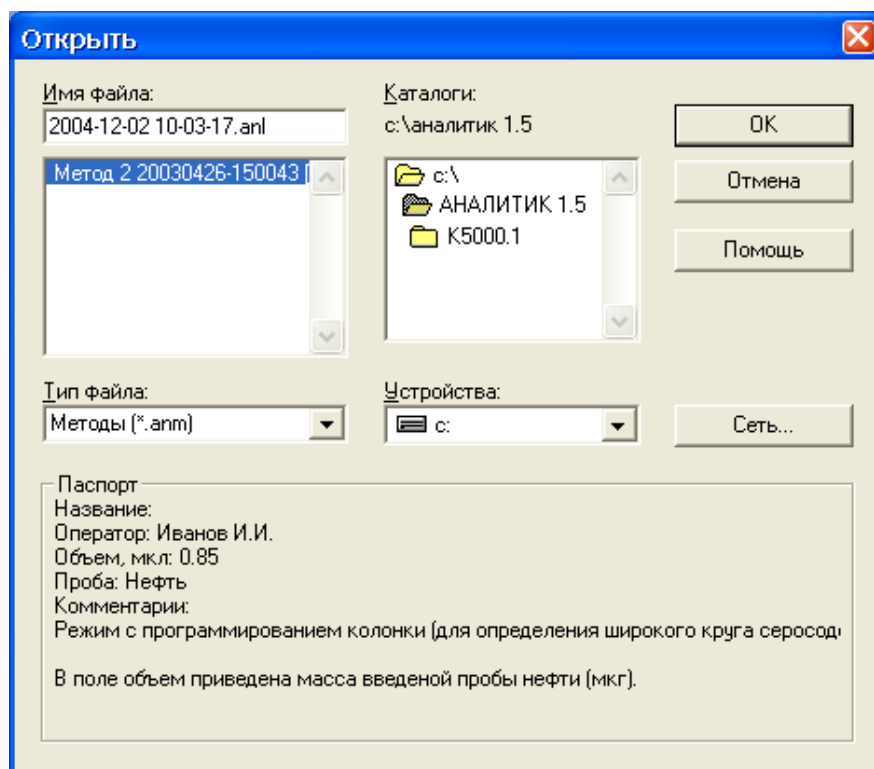


Рисунок 7.22. Открыть файл хроматограммы (метода)

Выберите тип файла, который хотите открыть. Файлы методов имеют расширение **anm**, а файлы обычных хроматограмм — **anl**.

В программе может быть одновременно открыт только один файл. Не открывайте файлы во время снятия хроматограммы. Если вам необходимо открыть файл воспользуйтесь возможностью запуска еще одной копии программы.

Сохранение файла

Команда меню **Файл | Сохранить** сохраняет текущий файл. Файлу присваивается имя, имеющее вид **2004-11-17 13-57-12.anl**. Здесь первая часть имени (до пробела — дата создания файла, а вторая часть — время создания). При

желании вы можете сохранить файл под любым другим именем, для этого выполните команду **Файл | Сохранить как**. При выборе данной команды на экране появляется диалог задания имени файла, показанный на рисунке 7.23.

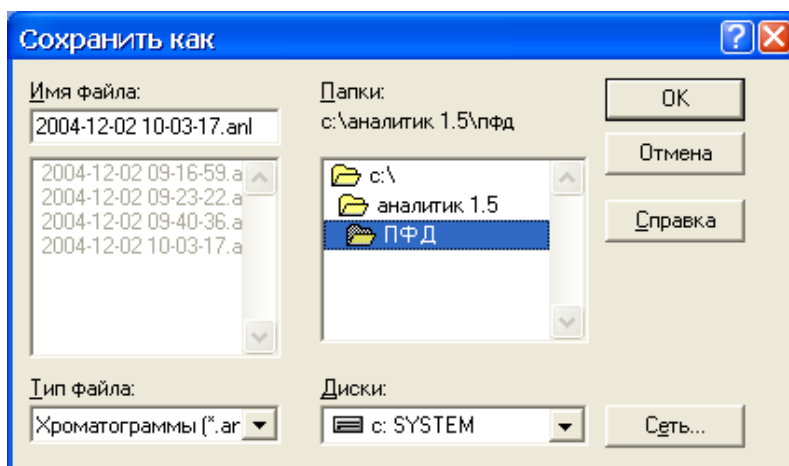


Рисунок 7.23. Сохранение файла



Если вы хотите объявить текущую хроматограмму методом, по которому будут обрабатываться хроматограммы анализов неизвестных проб, выберите в меню **Файл** команду **Сохранить как метод**. Будет запущен диалог, аналогичный показанному на рисунке 7.23. Его отличительной особенностью является то, что он сохраняет хроматограмму с расширением **anm**.

Заккрытие файла

Команда меню **Файл | Заккрыть** закрывает открытый файл. При открытии другого или создании нового файла программа автоматически закрывает текущий открытый файл. Если сделанные изменения в файле не сохранялись, программа запросит подтверждение на сохранение файла.

Удаление файла

Файл, который нужно удалить, сначала надо открыть. После открытия вызовите команду меню **Файл | Удалить**. На экране появится запрос о подтверждении на удаление файла. Если вы нажмете в данном запросе кнопку **Да**, файл будет удален.

Список иллюстраций

4.1	Принципиальная схема хроматографа	7
4.2	Структура хроматограммы	8
4.3	Окно фильтрации	11
4.4	Хроматограмма а) до фильтрации, б) после фильтрации	12
4.5	Разметка пика	14
4.6	Пики, полученные при работе с капиллярной колонкой	20
4.7	Пики, полученные при работе с насадочной колонкой	20
4.8	Особенности идентификации на двух каналах. Пример 1	32
4.9	Особенности идентификации на двух каналах. Пример 2	32
4.10	Градуировочный график зависимости отклика пика от концентрации	33
7.1	Главное окно программы	46
7.2	Строка состояния	47
7.3	Пример графика хроматограммы	49
7.4	Настройка анализа	50
7.5	Настройка отчета	51
7.6	Размещение дочерних окон каскадом	52
7.7	Равномерное размещение дочерних окон	53
7.8	Минимизация дочерних окон	53
7.9	Диалог “Главное окно”	54
7.10	Паспорт хроматограммы	55

7.11	Диалог “Фильтрация”	59
7.12	Задание параметров интегрирования	60
7.13	Создание события интегрирования	61
7.14	Настройка параметров идентификации пиков	62
7.15	Корректировка разметки пиков	63
7.16	Диалог настройки свойств компонента	65
7.17	Калибровочная зависимость	67
7.18	Добавление калибровочного уровня	68
7.19	Внесение концентрации в калибровочный уровень	68
7.20	Сохранение методики на диске	70
7.21	Диалог “Количественный расчет”	72
7.22	Открыть файл хроматограммы (метода)	73
7.23	Сохранение файла	74

Список таблиц

4.1	Параметры интегрирования при использовании насадочной и капиллярной колонок	21
7.1	Кнопки панели инструментов	48

Предметный указатель

- абсолютная градуировка, [37](#)
- внешний стандарт, [38](#)
- внутренний стандарт, [39](#)
- внутренняя нормализация, [36](#)
- главное окно, [46](#)
- градуировка
 - абсолютная, [37](#)
 - компонентов, [33](#)
 - погрешность, [42](#)
- график, [49](#)
- идентификация, [23](#), [62](#)
 - алгоритм, [23](#)
 - время удерживания, [25](#)
 - на двух каналах, [29](#)
- индекс
 - Ковача, [27](#)
 - опорный пик, [26](#)
 - удерживания, [27](#)
- интегрирование, [14](#), [60](#)
 - автоматическое, [16](#)
 - асимметрия, [17](#)
 - база, [18](#)
 - минимальная высота, [19](#)
 - минимальная площадь, [19](#)
 - наездник, [18](#)
 - плато, [17](#)
 - порог, [16](#)
 - события, [22](#)
 - ширина, [16](#)
- калибровка, [67](#)
 - импорт калибровочных уровней, [71](#)
- количественный расчет, [35](#), [72](#)
- компонент
 - градуировка, [33](#)
- компоненты
 - импорт компонентов, [71](#)
 - создание, [65](#)
- концентрация
 - основное вещество, [41](#)
- маркер, [58](#)
- метод
 - абсолютная градуировка, [37](#)
 - внешний стандарт, [38](#)
 - внутренний стандарт, [39](#)
 - внутренняя нормализация, [36](#)
 - процентная нормализация, [35](#)
- неидентифицированные пики, [40](#)
- нормализация
 - внутренняя, [36](#)
 - процентная, [35](#)
- панель инструментов, [48](#)
- паспорт, [55](#)
- пики
 - идентификация, [23](#)
 - неидентифицированные, [40](#)
 - ручная корректировка, [63](#)
- погрешность, [42](#)
- процентная нормализация, [35](#)
- разметка, [14](#)
- расчет, [35](#)
 - количественный, [35](#)
- события интегрирования, [22](#)
- стандарт
 - внешний, [38](#)
 - внутренний, [39](#)
- сходимость, [43](#)
- фильтрация, [11](#)
 - гауссова, [13](#)
 - медианная, [11](#)
 - полуширина окна, [11](#)

- Хроматэк Аналитик 1.5, [45](#)
 - вспомогательное окно, [54](#)
 - запуск программы, [45](#)
 - работа с окнами, [52](#)
- хроматограмма
 - визуальная оценка, [57](#)
 - график, [49](#)
 - канал, [49](#)
 - обработка, [54](#)
 - паспорт, [55](#)
 - работа с графиком, [57](#)
 - фильтрация, [59](#)
- хроматографический процесс, [7](#)
- этапы обработки хроматограмм, [10](#)

САЙТ

<http://www.chromatec.ru>

ТЕЛЕФОНЫ

Код города	8362
Приемная	68-59-01, тел./факс 68-59-16
Коммерческий директор	68-59-03, 12-67-12
Технический директор	68-59-04
Заместитель генерального директора по производству	68-59-02
Заместитель технического директора	68-59-18
Коммерческий отдел	телефоны 68-59-71, 68-59-69, 68-59-70; факс 63-05-00
Ремонтно-эксплуатационная служба	68-59-19, 68-59-32, 68-59-33
Отдел программного обеспечения	68-59-39
Аналитическая лаборатория	68-59-41
Химическая лаборатория	68-59-40, 68-59-42
Курсы для специалистов	68-59-40

ПОЧТОВЫЙ АДРЕС

424000, г. Йошкар-Ола, Главпочтамт, а/я 84, ЗАО СКБ ХРОМАТЭК

ЮРИДИЧЕСКИЙ АДРЕС

424000, г. Йошкар-Ола, ул. Строителей, д. 94

БАНКОВСКИЕ РЕКВИЗИТЫ

Расчетный счет 40702810637180100160 в ОСБ Марий Эл № 8614 г. Йошкар-Ола к/с 301018103000000000630, БИК 048860630 Идентификационный номер (ИНН) 1215032212 Код по ОКОНХ 95130, 19320 Код по ОКПО 12908609

ЭЛЕКТРОННАЯ ПОЧТА

sos@chromatec.ru	оперативное решение технических проблем
support@chromatec.ru	ремонтно-эксплуатационная служба
analytics@chromatec.ru	аналитическая лаборатория
softlab@chromatec.ru	отдел программного обеспечения
school@chromatec.ru	обучение, курсы для специалистов
mail@chromatec.ru	общие вопросы, секретарь
sales@chromatec.ru	отдел продаж