

Газовый хроматограф Хроматэк

Кристалл-5000.1, 5000.2, 2000М (ПМ-2)

и UniChrom

Содержание

| | |
|--|----|
| Общие сведения..... | 3 |
| Подключение прибора..... | 4 |
| Конфигурация прибора..... | 5 |
| Конфигурация РРГ..... | 5 |
| Конфигурация зон нагрева..... | 6 |
| Параметры конфигурации прибора..... | 7 |
| Руководство по активации газового хроматографа | 9 |
| Работа с прибором..... | 12 |
| Дозаторы автоматические..... | 12 |
| Способ обработки списка образцов..... | 13 |
| Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М..... | 13 |
| Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М2..... | 15 |
| Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М2 (парофазный) исполнение 4..... | 15 |
| Дозатор автоматический газовый ДАГ-2М..... | 16 |
| Клапаны..... | 17 |

Общие сведения

Газовые хроматографы серии Хроматэк Кристалл ПМ2 производятся ЗАО СКБ «Хроматэк» Российская федерация, Республика Мари-Эл, г.Йошкар-Ола.

Хроматографы серии Кристалл ПМ2 являются приборами с электронным управлением температурой и газовыми потоками. Управление прибором и периферийными устройствами (автоматическими дозаторами и кранами) осуществляется либо с клавиатуры прибора либо загрузкой метода системой UniChrom. Приборы поддерживают до 4-х аналитических широкодиапазонных сигналов (разрешение сжатого сигнала 20 бит, частота регистрации от 5 до 200 Гц).

Периферийные устройства (дозаторы и т.п.) обнаруживаются автоматически, при включении устройств, но желательно включать их перед подключением к прибору, чтобы конфигурация прибора, сообщаемая при подключении, была установлена полностью.

Подключение прибора

Прибор подключается либо через USB-порт либо через последовательный порт. Кабели для обоих типов подключения идут в комплекте с прибором. Следует отметить, что для подключения через последовательный порт используется полный модемный кабель (прямой 25M-9F или 25M-25F) со всеми линиями квитиования. Для USB-подключения используется экранированный Type-A — Type-B (host-device) до 3-х метров длиной. Следует избегать замены этого кабеля на неэкранированные аналоги.

В случае USB-подключения прибор представляет для системы виртуальный последовательный порт, для которого требуется установка драйверов.

Для операционных систем Windows на установочном диске UniChrom поставляется драйвер производства FTDI (<http://ftdichip.com/>). Драйверы находятся в директории компакт-диска **install\drivers\CDM 2.04.06 WHQL Certified**

Драйвер представляет из себя составное устройство, поэтому при установке сначала будет сообщено об установленном «USB High speed serial converter», а затем об установке «USB COM port».

Для операционных систем на ядре Linux 2.6 используется стандартный драйвер **usbserial** для которого следует указать дополнительные PID:VID, которые видны в выводе команды **lsusb**. Например: **sudo modprobe usbserial vendor=0x04ab product=0x0001**

Или написать правило для **udev** чтобы система загружала этот драйвер автоматически:

```
# /etc/udev/rules.d/99-chromatec.rules
# Crystal 5000
SYSFS{idProduct}=="0001", SYSFS{idVendor}=="04ab", RUN+="/sbin/modprobe usbserial product=0x0001 vendor=0x04ab"
```

Правильно установленные драйверы приведут к появлению в системе нового последовательного порта (COM1..COM256 под Windows, что можно проконтролировать, открыв «Диспетчер устройств») (ttyUSB0..ttyUSB255 под Linux, что можно проконтролировать в выводе команды **ls /dev/ttyUSB***).

Конфигурация прибора

Кристалл ПМ2 относится к ГХ приборам у которых роль газовых регуляторов может быть изменена. Всего прибор имеет 6 газовых регуляторов (Газ1...Газ4, Водород, Воздух). Для работы на вход капиллярной колонки с контролем расхода, давления скорости а также установки сброса предназначены пары (Газ1 — носитель, Газ2 — сброс) и (Газ3 — носитель, Газ4 — сброс). При поджиге пламенных детекторов водород и воздух управляются по специальной программе (Поджиг). Прибор имеет 4 зоны нагрева (2 для испарителей, 2 для детекторов), поэтому при установке более 2-х детекторов пара из них будет находиться на одной нагревательной платформе (что задаётся в конфигурации прибора Тд1, Тд2). Внешние устройства, имеющие собственные термостаты появляются в UniChrom как дополнительные зоны или обогреваемые дозаторы.

Конфигурация РРГ

Для сопоставления номера регулятора (Газ1=1 ... Воздух=6) функциональному назначению используется страница свойств драйвера «Схема РРГ». Порядковый номер регулятора внутри зоны (1..3) соответствует функции регулятора.

Для испарителей определяется следующие функции:

1. газ-носитель испарителя
2. сброс испарителя
3. обдув мембраны (септы)

Для детекторов определяется следующие функции:

1. поддув детектора (make-Up)
2. топливный газ детектора
3. окислительный газ детектора

Схема позволяет выбрать из ниспадающего списка регулятор и сопоставить его нумерованными функциям.

Следует отметить, что не предпринимается специальных мер для предотвращения размещения одного регулятора в несколько зон (иногда это удобно), но следует помнить, что при загрузке методики в прибор зона с большим номером заменит значение записанное ранее. Для одного регулятора в разных зонах следует задавать одинаковые значения. Чтобы

не было проблем с конфигурацией РРГ, обычно все функции сначала «Выключают» через контекстное меню на правой кнопке мыши, а затем включают именно для тех зон именно те регуляторы, которые видны, если поднять верхнюю крышку прибора. Фактически страница «Схема РРГ» записывает в конфигурационную ветку прибора параметры вида **ZXOY**, равные числу от 0 до 6.

Z — обозначение зоны принимает значение **I** (injector) или **D** (detector) или **A** (aux-zone)

X — обозначение номера зоны (традиционно **A, B, C, D**)

O — обозначение объекта зоны **F** (flow) - поток

Y — обозначение порядкового номера объекта (функции объекта 1, 2, 3) см. выше.

То есть запись **DAF2=5** означает, что у детектора (**D**), первого (**A**) по порядку поток (**F**) водорода (**2**) управляется регулятором №5 (водород). Запись **IBF3=0** означает что отсутствует регулирование обдува мембраны второго испарителя.

Конфигурация зон нагрева

Предназначена для принудительного указания места, где находится нагреватель соответствующего детектора. Используется **только если драйвер (cr5000.dll) неверно определяет расположение детектора** анализируя конфигурацию прибора. Последние версии встроенного ПО прибора (2009г и позже) не требуют указания этих параметров совсем.

Для данной конфигурации нет страницы пользовательского интерфейса, поэтому она задаётся на странице реестр вводом соответствующих параметров. Формат параметров **ZXO**, где:

Z — обозначение зоны принимает значение **I** (injector) или **D** (detector)

X — обозначение номера зоны (традиционно **A, B, C, D**)

O — обозначение объекта зоны **T** (temperature)

Список нагревателей: tOven=0, tInj1=1, tInj2=2, tDet1=3, tDet2=4, tAux1=5, tAux2=6, tAux3=7, tAux4=8)

Например: **DBT=3** нагреватель второго детектора это Tд1 прибора.

Параметры конфигурации прибора

Соглашения

Параметры, отмеченные [С], сохранены для совместимости, или имеют технологическое назначение. Желательно, чтобы они отсутствовали, или были установлены в значение по умолчанию в конфигурации прибора. Параметры, отмеченные [Т] являются технологическими и используются при наладке прибора. Страница свойств драйвера названа в кавычках и отмечена например так: «Детекторы». Для задания масок допускается использовать шестнадцатеричную запись числа (например 19 = \$13).

| Параметр | Тип | Назначение и диапазон пригодных значений |
|---------------------------------------|-----|---|
| DetMask | С | Принудительное включение детекторов с номерами, соответствующими номеру бита в маске. Оставлено для совместимости со старыми прошивками. Должно отсутствовать или быть равным 0 |
| StartType | С | Привязка старта хроматограммы к различным событиям (изменения состояния прибора или стартовый бит в сигналах). Отладочный параметр. Должен быть равен 0 или отсутствовать. |
| ActCode | Т | Код активации. Строка цифр. См. раздел Руководство по активации газового хроматографа стр. 9 |
| GasSaverTime0 ... GasSaverTime5 | | Время в секундах включения экономии газа соответствующего канала. Задаётся на странице «Экономия газа». |
| GasSaverFlow0 ... GasSaverFlow5 | | Значение расхода при включении экономии газа соответствующего канала. Задаётся на странице «Экономия газа». |
| SendPostBlow | С | Флаг (0/1) принудительной отправки пустой методики продувки после анализа для исправления проблем некоторых прошивок. Должен отсутствовать или быть равным 0. |
| WaitTime | | Время ожидания в сек в диапазоне (0 .. 24*60*60) перед началом следующего анализа в очереди. Значение по умолчанию 60. Задаётся на странице «Поведение». |
| AlarmTime | | Время в сек течении которого прибор «уравновешивается» ожидая готовности значений. Диапазон 0 .. 30*60 сек. Значение по умолчанию 60. Задаётся на странице «Поведение». |

| Параметр | Тип | Назначение и диапазон пригодных значений |
|--|-----|--|
| CheckTd1OverTO .. CheckTd2OverTO | | Флаг контроля температуры соответствующего детектора (0/1). Установленный флаг (1) означает что хроматограф требует чтобы в методике температура детектора была больше температуры термостата. Задаётся на странице «Детекторы». |
| IsValidation | | Флаг режима работы прибора («работа» - контроль всех ограничений, «поверка» - выход на готовность без контроля ограничений). Задаётся на странице «Поведение». |
| InvTCD1 .. InvTCD3 | | Флаг включение инверсии соответствующего катарометра (ДТП) (0/1). Прибор может иметь до 3-х ДТП. Задаётся на странице «Детекторы». |
| Filament1 .. Filament3 | | Флаг режима спирали соответствующего катарометра (ДТП) значения (0 — выключить, 1 — авто). Задаётся на странице «Детекторы». |
| ECD1Current .. ECD2Current | | Значение тока компенсации детекторов ЭЗД. Задаётся на странице «Детекторы». |
| NonLinearMask | С | Битовая маска для указания того, что детектор, соответствующий номеру бита, является широкодиапазонным (со сжатым сигналом). Маска используется только если драйвер некорректно определяет наличие широкодиапазонных детекторов. |
| FlameDelta0 .. FlameDelta3 | | Величина приращения в мВ соответствующего аналитического сигнала при поджиге пламенных детекторов. Значение по умолчанию 2. Задаётся на странице «Поджиг». |
| IgnitingFuelDelta | | Величина приращения расхода водорода в мл/мин при каждой новой попытке поджига пламенного детектора. Значение по умолчанию 5. Задаётся на странице «Поджиг». |
| IgnitingGas1 .. IgnitingGas6 | СТ | Начальное значение расхода в мл/мин (давления в кПа) соответствующих газов при поджиге детектора. Используются прибором до момента загрузки методики. При загрузке методики параметры, соответствующие газу носителю и сбросу капиллярных колонок заменяются на соответствующие значения из методики. Задаётся на странице «Поджиг». |

| Параметр | Тип | Назначение и диапазон пригодных значений |
|------------------|-----|---|
| IgnitingMode | | Режим поджига пламенных детекторов (0 — водородом, 1 — воздухом). По умолчанию поджиг производится регулированием расхода водорода (0). Задаётся на странице «Поджиг». |
| MagicVersion | С | «Магическая версия устройства» используется для совместимости со старыми прошивками ГХ. Прибор с новой прошивкой требует только «Центр 2.0», что соответствует параметру=0. Задаётся на странице «Поведение». |
| OldStyleSequence | С | Принудительное переключение в «старый» режим обработки очереди образцов (см. Способ обработки списка образцов) |

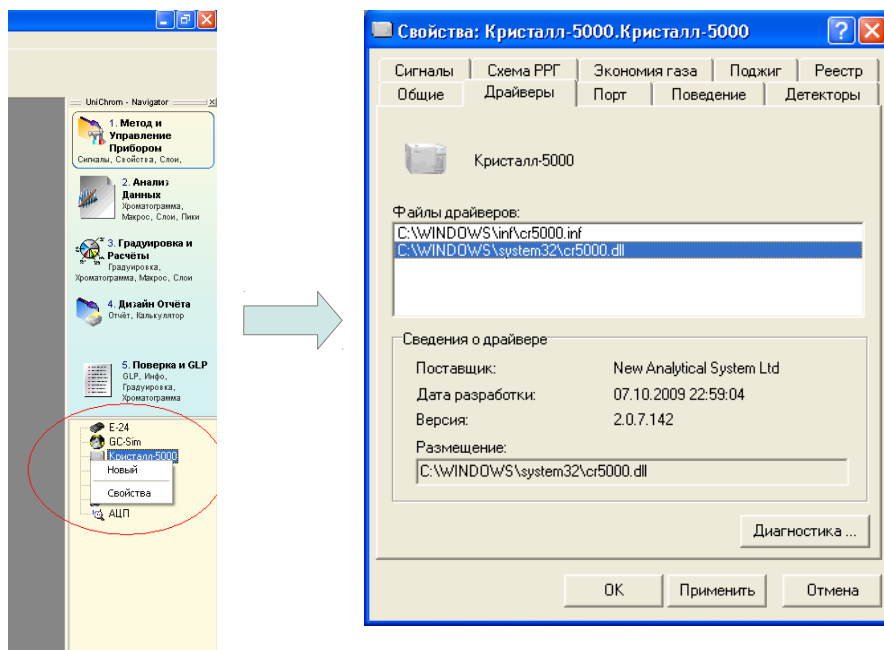
Руководство по активации газового хроматографа

Настоящее руководство относится к программному обеспечению

- UniChrom версии не менее 5.0.3.895,
- версия драйвера cr5000.dll не менее 2.0.7.142

Версию UniChrom можно увидеть в через меню Помощь / О системе ...

Версию драйвера можно увидеть выбрав «Свойства» драйвера Кристалл-5000 в контекстном меню навигатора UniChrom (область с большими кнопками переключения видов работы и значками, отображающими установленные инструменты)

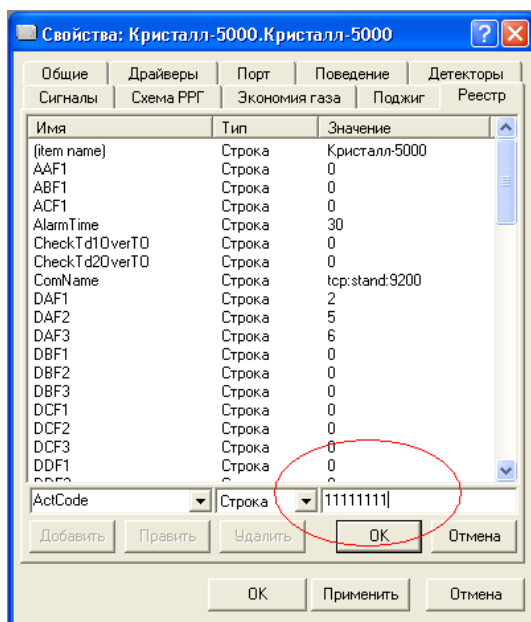


Когда прибор требует активации, перестают регистрироваться хроматографические сигналы,

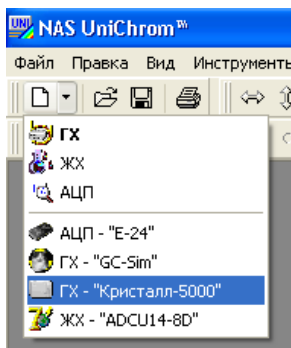
и на странице «ГХ инструмент» в строке состояния прибора появляется сообщение красного цвета «Activation required».

Для проведения активации необходимы следующие шаги.

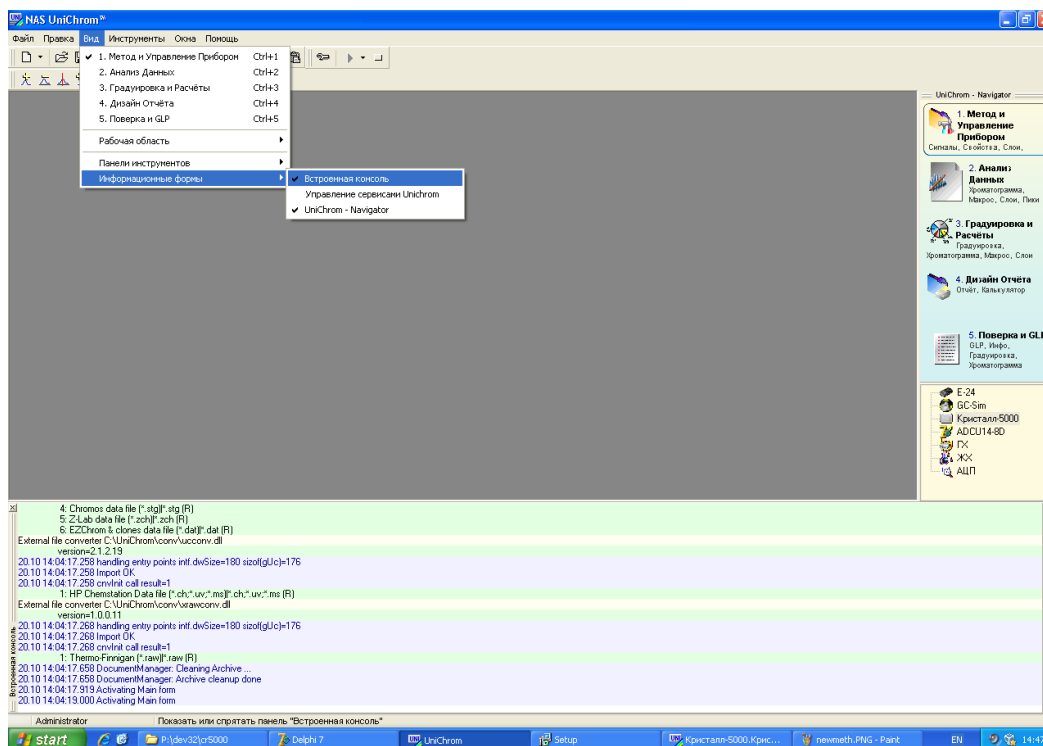
1. Обновить программное обеспечение до версий, указанных ранее. Этот шаг не требуется, если версии установленного ПО уже выше, чем названные.
2. При закрытых окнах метода открыть свойства хроматографа через контекстное меню навигатора UniChrom или с помощью редактора конфигурации (с:\unichrom\ce.exe)
3. В окне свойств прибора выбрать страницу «Реестр»
4. На странице реестр добавить параметр «ActCode» типа «Строка» (см. рисунок)



5. Значение параметра «ActCode» должно быть установлено в то значение, которое передано для вашего прибора.
6. После ввода кода следует нажать «ОК» (под строкой для ввода). После этого следует проверить, добавился ли параметр в список.
7. Закрыв окно свойств прибора следует подключиться к хроматографу (просто создать новый метод, подключенный к прибору).



8. За ходом активации можно посмотреть, открыв окно «Встроенная консоль» (меню Вид \ Информационные формы \ Встроенная консоль). Протокол работы с прибором записывается в директорию UniChrom\log.



9. После завершения активации необходимо отключиться от прибора и перезагрузить (выключить и включить) его.
10. В случае проблем (активация не произошла) следует заархивировать содержимое этой директории и отправить по E-mail на unichrom@unichrom.com
11. При успешной активации сигналы прибора начинают регистрироваться и на странице «ГХ инструмент» в строке статуса (в середине экрана) исчезает надпись «Activation required».

Работа с прибором

Сразу после успешного подключения UniChrom получает фактическое (actuals) и методическое состояние прибора. Так как прибор изменяет своё состояние при загрузке «целой» методики, то не имеет смысла редактировать режим «Хроматограф», следует создать его копию (правой кнопкой мыши на закладке «Хроматограф» выбрать «Создать копию»), в этой копии производить необходимые изменения, а после этого новый режим можно «Загрузить» в прибор. Работа с режимами ГХ приборов детально описана в «Руководстве по эксплуатации системы UniChrom».

Дозаторы автоматические

СКБ Хроматэк выпускает устройства, предназначенные для автоматического ввода пробы. Устройства ввода управляются хроматографом (в очень редких случаях их можно использовать отдельно). В терминологии, принятой в технической документации «Хроматэк» устройства ввода пробы разделяются на две категории:

- Внутренняя периферия (устанавливается в корпус хроматографа). Представляет собой клапаны и краны.
- Внешняя периферия. Подключается к внешним портам АД (может быть выведено более одного порта).

Подразделяется на: дозаторы:

- Жидкостные
- Газовые
- Парофазные
- Термодесорберы

В общем случае для проведения анализа с помощью устройства ввода требуется кроме ГХ методики (установок прибора) передать ещё методику дозатора. На странице «ГХ инструмент» в системе UniChrom каждый дозатор изображается одной зоной, содержащей в общем виде один термостатируемый объект и две дозирующие машины (башни инжектора). Температура дозатора очевидно это термостатируемый объект. Параметры дозатора (способ ввода пробы и другие особенности, не относящиеся к образцу) задаются в свойствах каждого инжектора.

Все параметры, относящиеся к образцу, как то:

- Номер сосуда с пробой
- Номер дозирующей машины
- Объём вводимой пробы
- Температура пробы
- Время экспозиции (нагревания) пробы
- др.

задаются в таблице образцов системы «UniChrom». То есть параметры дозатора — это часть ГХ метода (method), а параметры пробы — часть списка образцов (sequence).

Способ обработки списка образцов

Способы обработки списка образцов можно разделить на два типа:

1. Список образцов передаётся дозирующей машине целиком. Образцы выбираются самим дозатором. В этом случае количество вводов каждого образца, последовательность ввода (от меньших номеров к большим) и объём вводимой пробы (для жидкостных дозаторов) общие для всех образцов очереди. Этот способ обработки очереди называется «старым» и включается параметром реестра OldStyleSequence=1 (см. Параметры конфигурации прибора)
2. Каждый образец передаётся дозирующей машине индивидуально, то есть методика дозатора состоит из ввода одного (1) образца со своими параметрами. Каждый образец вводится произвольное число раз в произвольной последовательности с произвольным объёмом вводимой пробы (в пределах возможностей дозатора).

Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М

Дозатор содержит 14 виал для образцов и 3 виалы для слива (или для растворителя). В зависимости от заданных параметров промывка дозатора осуществляется либо из виалы (параметр «число промывок растворителем») либо сверху шприца из внешней ёмкости с растворителем, подаваемым под давлением. Подробнее параметры дозатора и способы набора пробы описаны в руководстве дозатора. Самые старые версии дозатора могли промываться только сверху.

В системе UniChrom дозатор работает в новом и старом стиле (см. Способ обработки списка

образцов), но в настоящее время старый стиль заблокирован.

В зависимости от версии программного обеспечения дозатора список параметров будет сокращён или расширен до полного.

| Параметр | Назначение, единицы измерения |
|--------------------------------|---|
| Время промывки | 5 с — время промывки шприца сверху. Установленное время промывки исключает промывку шприца из виалы. |
| Скорость ввода пробы | 1-9 (усл. ед). 1 — минимальная, 9 — максимальная скорость движения штока шприца. См. руководство к дозатору |
| Скорость набора пробы | Аналогично скорости ввода |
| Время в инжекторе | 1 с — время нахождения шприца в инжекторе перед вводом |
| Время в инжекторе после ввода | 0 с — время нахождения шприца в инжекторе после ввода пробы |
| Задержка на вязкость | 1 с — время ожидания после набора пробы со штоком шприца в верхней точке. |
| Пред. промывка растворителем А | 4 — количество наборов/сливов растворителя А перед вводом пробы |
| Пред. промывка растворителем В | 4 — количество наборов/сливов растворителя В перед вводом пробы |
| После промывка растворителем А | 4 — количество наборов/сливов растворителя А поле ввода пробы |
| После промывка растворителем В | 4 — количество наборов/сливов растворителя В поле ввода пробы |
| Число прокачек пробы | 4 — количество промывок шприца пробой |
| Число прокачек растворителем | 4 — количество промывок шприца растворителем |
| Пред. промывка пробой | 4 - количество промывок шприца пробой |
| Глубина погружения | 1 — глубина погружения шприца в виалу |
| V top air | 1 мкл — объём воздуха над пробой |

| Параметр | Назначение, единицы измерения |
|-----------------|---|
| V solvent | 1 мкл — объём растворителя над воздухом |
| V mid air | 1 мкл — объём воздуха в «сэндвиче» |
| V bot air | 1 мкл — объём воздуха под пробой в «сэндвиче» |
| V пром. лайнера | 5 мкл — объём растворителя перед пробой для промывки лайнера в «сэндвиче» |
| V шприца | 10000 нл — объём шприца в нанолитрах (10^{-9} дм ³) |

Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М2

Устройство аналогичное по техническим характеристикам ДАЖ-2М за исключением того, что представляет собой полностью программируемого робота — то есть можно осуществлять весьма сложные способы ввода передавая устройству последовательность микрокоманд. Система UniChrom видит это устройство по параметрам полностью идентичным дозатору Agilent / HP-7673 с дополнительной возможностью промывки сверху шприца. Диапазон допустимых значений параметров приведён в руководстве к дозатору.

В системе UniChrom дозатор работает только в новом стиле (см. Способ обработки списка образцов).

Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М2 (парофазный) исполнение 4

Представляет собой систему ввода паровой фазы из 4-х термостатируемых ёмкостей. Набор и ввод пробы осуществляется поворотной башней с установленным газоплотным шприцем. Температура шприца и иглы устанавливается отдельно. Температуры ёмкостей с образцами и времена их термостатирования устанавливаются отдельно. Промывка шприца осуществляется потоком газа сверху.

Параметры ввода образцов:

| Параметр дозатора | Назначение, единицы измерений |
|----------------------|--|
| Время промывки | 600 с — время продувки иглы |
| Скорость ввода пробы | 50 (условных ед.) скорость движения штока шприца |

| | |
|--------------------------|---|
| Время в инжекторе | 2 с — время нахождения иглы в инжекторе ГХ после ввода |
| V шприца | 2500000 нл — объём шприца в нанолитрах (10^{-9} дм ³) |
| Интервал между анализами | 120 с — время между анализами, чтобы последующая проба успела подготовиться |

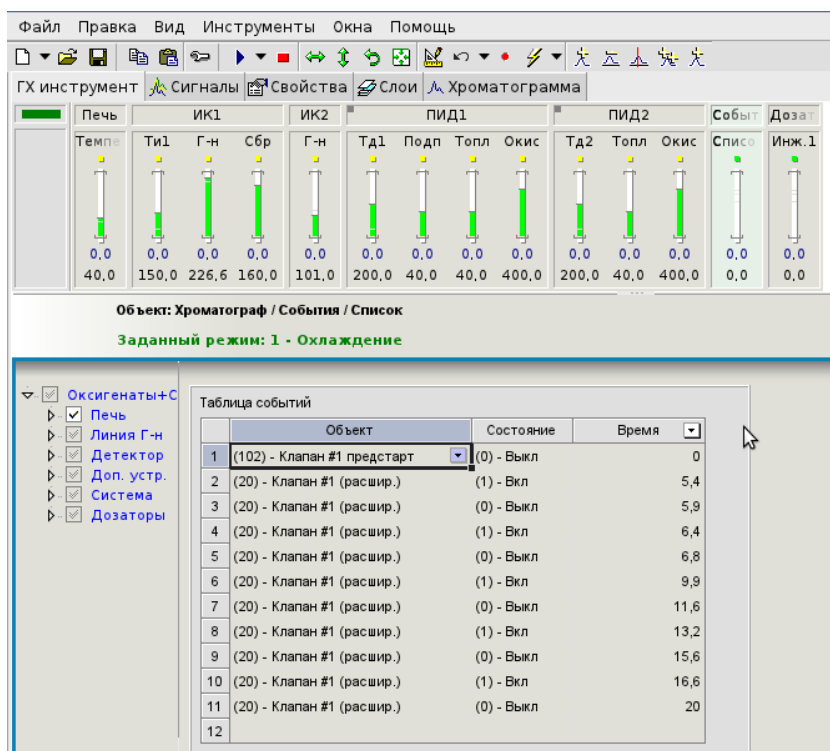
Дозатор автоматический газовый ДАГ-2М

Внешний модуль, содержащий 1-2 поворотных крана с 1-2 дозами (тарированными объёмами). Поворот кранов включает дозы в поток газа-носителя аналитических каналов. По окончании времени «анализа» кран возвращается в положение «отбор».

| Параметр дозатора | Назначение, единицы измерений |
|--------------------------|---|
| Время отбора | 10 с — время продувки петли дозатора (кран в положении «Отбор») |
| Время анализа | 1200 с — время продувки петли в аналитический тракт прибора (кран в положении «Анализ») |

Клапаны

Клапаны представляют собой объекты, меняющие состояние (вкл/выкл) во время анализа. Методика изменения состояний клапанов во время анализа задаётся в списке системных событий.



События могут обрабатываться самим прибором (стандартное управление) и программным обеспечением — драйвером прибора (расширенное управление).

Типы объектов управляемых таблицей событий.

| Объект | Назначение | Обозначение на приборе |
|----------------------------|------------------------------------|---|
| (1) — Кран #1 | Внутренний кран №1 | Краны #6 в меню прибора [Кран#] — Внутренняя периферия |
| (2) — Кран #2 | Внутренний кран №2 | -//- |
| (3) — Клапан #1 | Простое управление клапаном №1 | Клапаны в меню прибора [Кран#] — Внутренняя периферия |
| (10) — Внеш. кран #1 | Внешний контроллер кранов, кран №1 | Краны #3 в меню прибора [Кран#] — Внутренняя периферия |
| (11) — Внеш. кран #2 | Внешний контроллер кранов, кран №2 | -//- |
| (12) — Внеш. кран #3 | Внешний контроллер кранов, кран №3 | --/-- |
| (13) — Внеш. кран #4 | Внешний контроллер кранов, кран №4 | --/-- |
| (20) — Клапан #1 (расшир.) | Программное (состоянием | Клапаны в меню прибора |

| | | |
|-----------------------------|--|---|
| | управляет драйвер прибора, а не сам хроматограф) управление клапаном №1. Количество событий не ограничено. | [Кран [#]] — задаётся только начальное состояние, в дальнейшем изменяется программно. |
| (21) — Клапан #2 (расшир.) | Программное управление клапаном №2. | -//- |
| (22) — Клапан #3 (расшир.) | Программное управление клапаном №3 | -//- |
| (100) — Кран #1 предстарт | Позиционировать внутренний кран №1 по нажатию кнопки «СТАРТ» перед анализом. | Краны #6 в меню прибора [Кран [#]] — Внутренняя периферия |
| (101) — Кран #2 предстарт | - // - №2 | -//- |
| (102) — Клапан #1 предстарт | -//- Клапан №1 | |