

УДК 681.3:543.54

Богомоллов В.П., Востринов А.В., Гольдин А.А., Добринский Я.Х., Масленников А.П., Шевкунов В.В. Система автоматизированной обработки информации для жидкостной хроматографии// Научное приборостроение. Л.: Наука, 1987.

Рассмотрены методы автоматизации сбора и последующей обработки хроматографической информации, включающей как программные, так и аппаратные средства. Библиогр.2 назв. Ил.1.

АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРИБОРОВ ДЛЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

В.П.Богомолов, А.В.Востринов, А.А.Гольдин, Я.Х.Добринский,
А.И.Масленников, В.В.Шевкунов

СИСТЕМА АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ОБРАБОТКИ ИНФОРМАЦИИ ДЛЯ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Одним из основных методов анализа состава и структуры синтетических и биологических полимеров является жидкостная хроматография. Появление в последние годы высокочувствительных универсальных детекторов, создание насосов высокого давления (до 30 МПа) и совершенствование методов анализа позволило создать аппаратуру для высокоэффективной микроколоночной жидкостной хроматографии высокого давления. Создание такой аппаратуры позволило сократить время анализа до 1-10 мин. В этих условиях высокая эффективность оборудования невозможна без комплексного подхода к автоматизации сбора и последующей обработки хроматографической информации, включающей как программные, так и аппаратные средства.

Программное обеспечение (ПО) системы автоматизированной обработки геляхроматографической информации включает:

- калибровку аналитической системы хроматографа;
- обнаружение и обработку хроматографических пиков, статистическую обработку серии анализов;
- обработку результатов геляхроматографического анализа;
- диалоговый интерактивный ввод данных и диспетчер работы всего программного обеспечения;
- вывод информации в графической и алфавитно-цифровой форме.

Все ПО функционально можно разделить на три независимых комплекса.

1. Комплекс программ первичной обработки. Данный комплекс обеспечивает:

- фильтрацию сигнала, измерение базисного сигнала и его дрейфа;
- обнаружение пика;
- определение амплитуды, площади, времени удерживания и удерживаемого объема пика;
- различные методы проведения базисной линии;
- статистическую обработку серии анализов;
- вывод хроматограммы на видеотерминал, термопечать или запись на внешний носитель ГМД-7012;
- распечатку анализа или группы анализов;
- определение концентрации веществ.

Необходимо отметить, что проведение анализа может быть осуществлено как в реальном масштабе времени, так и во вторичном по массиву данных с различными параметрами обработки.

Программы первичной обработки объединены в модуль с оверлейной структурой. В корневом сегменте находится управляющая программа первичной обработки, массив параметров и буфер, в котором хранится хроматограмма. Выбор оверлейной структуры программы первичной обработки обусловлен тем, что в этом случае скорость работы комплекса максимальна.

2. Комплекс программ вторичной обработки. Этот комплекс предназначен для ин-

терпретации результатов гелъхроматографического анализа (ГХА) полимеров.

Программа определения приборного уширения рассчитывает коэффициенты регрессионной зависимости

$$\sigma = f(M, U), \quad (1)$$

где σ - дисперсия хроматографического пика; M - молекулярная масса; U - скорость потока растворителя.

Программы расчета калибровок аналитической системы включают:

- расчет универсальной калибровки Бенуа по охарактеризованным узкодисперсным стандартам

$$V = \sum_{i=1}^N A_i (\lg [\eta] M)^i, \quad (2)$$

где V - удерживаемый объем;

$[\eta]$ - характеристическая вязкость полимера;

- определение калибровки для исследуемого класса полимеров по универсальной калибровке (2) и константам Марка-Куна-Хаувинга:

$$V = \sum_{i=1}^N B_i (\lg M)^i, \quad (3)$$

- определение калибровки для исследуемого класса полимеров (3) по набору охарактеризованных широкодисперсных образцов.

Данный тип калибровки позволяет обходиться без специальных узкодисперсных стандартов. Характеристикой образцов может являться одна из следующих величин: $[\eta]$, M_n - среднечисленная молекулярная масса; M_u - среднемолекулярная масса.

При анализе разветвленных полимеров помимо данных ГХА привлекаются результаты вискозиметрических измерений. Подробное изложение алгоритмов интерпретации ГХА изложено в работах [1, 2].

3. Комплекс диалоговых управляющих программ. Использование Пагена в качестве языка для создания диалоговых управляющих программ позволяет:

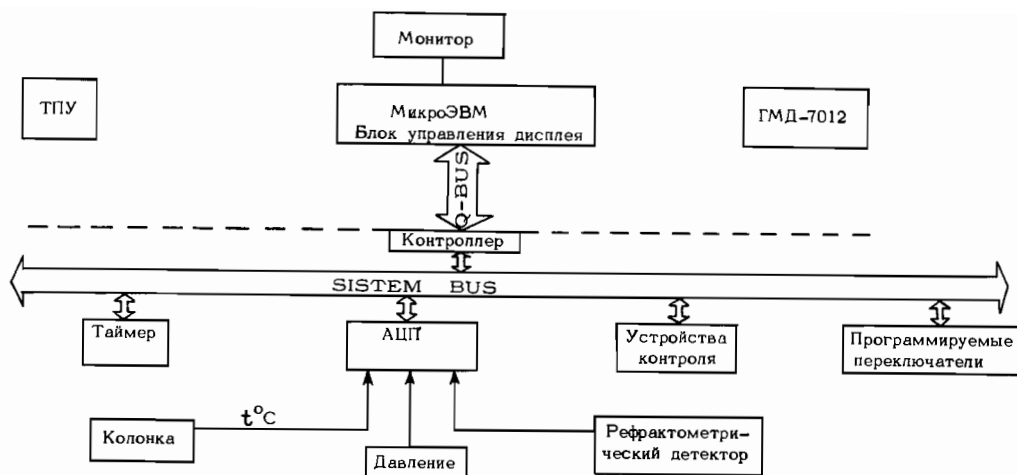
- создать и отладить математическое обеспечение, а также исправить обнаруженные в процессе испытаний ошибки непосредственно на микроЭВМ;

- создать математическое обеспечение силами нескольких разработчиков практически независимо друг от друга (при этом процесс компоновки системы заключается в простом сборе всех ее программ на одном внешнем носителе).

Система автоматизированной обработки для ГХА выполнена на базе вычислительного комплекса "Электроника НМС 01900.1" (ДВК-2М), состоящего из алфавитно-цифрового дисплея, термопечатающего устройства (ТПУ), устройства ввода-вывода на гибких магнитных дисках (ГМД) и одноплатной микроЭВМ "Электроника НМС 11100.1".

Блок-схема хроматографа совместно с вычислительным комплексом ДВК-2М приведена на рисунке. Связь вычислительного комплекса с хроматографом осуществляется через контроллер посредством стандартной магистральной шины $Q - BUS$. Контроллер организует связь между внешней магистралью $Q - BUS$ и внутренней аппаратной шиной $S - BUS$, к которой подключается аналого-цифровой преобразователь с переключателем каналов, программируемые переключатели, задающие скорость подачи элюента, номер шкалы детектора, таймер, а также устройства контроля работоспособности хроматографа.

Таким образом, вычислительный комплекс осуществляет контроль отсутствия элю-



Блок-схема ИВК.

ента, превышения давления, начала подачи пробы и выхода на рабочий режим. Многоканальный АЦП преобразует аналоговую информацию, поступающую от рефрактометрического детектора, датчиков давления и температуры колонки. Запуск АЦП производится программно по прерыванию от таймера. Рабочие программы, операционная и тест-мониторная операционная системы хранятся на гибких магнитных дисках и вводятся в ОЗУ микроЭВМ с помощью накопителя ГМД.

ЛИТЕРАТУРА

1. Энгельгардт Х. Жидкостная хроматография при высоких давлениях. М., 1980.
2. Беленький Б.Г., Виленчик Л.З. Хроматография полимеров. Л., 1978.

В.Д.Анисимов

УСКОРЕННОЕ ВЫЧИСЛЕНИЕ СВЕРТКИ ЦИФРОВЫМИ УСТРОЙСТВАМИ ФИЛЬТРАЦИИ И СТАТИСТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Целью обработки результатов научного эксперимента является получение численных значений некоторых параметров, графиков, таблиц для определения или исследования свойств объекта с последующей модификацией объекта в соответствии с полученными при анализе данными. Обработка в реальном масштабе времени позволяет эффективно использовать экспериментальную масс-спектрометрическую установку, обеспечивает возможность проведения экспресс-анализа результатов и тем самым оперативность введения необходимых поправок в ход эксперимента при проведении исследований. Проблема обработки сигналов включает задачи обнаружения составляющих исследуемого процесса на фоне помех типа белого шума (фильтрация).

В данной работе рассмотрены алгоритмы цифровой фильтрации и предложена структура реализации устройства вычисления высокоскоростной свертки во временной области. В последние годы получили широкое распространение цифровые способы фильтрации. Основным аргументом использования цифрового способа реализации фильтра