

ООО «НПО Аквилон»

**АТОМНО-АБСОРЦИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР А-2
С ПЛАМЕННОЙ И ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ
АТОМИЗАЦИЕЙ**

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

4434-030-81696414-2012 РЭ



Москва 2012

РУКОВОДСТВО ПО БЕЗОПАСНОСТИ

Ежедневные меры по безопасности

1. Во время эксплуатации спектрометра следует включать принудительную вентиляцию (устанавливается над прибором). Вентиляция удалит продукты горения или остатки горючих газов из помещения.
2. При эксплуатации спектрометра запрещается курить в помещении или пользоваться открытым пламенем.
3. Перед выходом из лаборатории потушите пламя горелки.
4. Для исследования растворов, содержащих плавиковую кислоту (HF) следует заменить стандартный стеклянный распылитель на специализированный.

Сообщения о безопасности

На корпусе прибора находятся наклейки, содержащие некоторые инструкции по безопасности. Перед эксплуатацией оборудования обратите на них внимание.

■ Меры по безопасности при работе с газами

Перед началом эксплуатации оборудования требуется тщательно изучить данное руководство.

Установка баллонов:

Газовые баллоны следует устанавливать вне лаборатории, при этом следует избегать попадания прямых солнечных лучей на баллоны.

- Температура баллонов не должна превышать +40°C. Источники открытого пламени должны быть удалены от баллона не менее чем на 2 метра.
- Установите баллон вертикально. Эксплуатация баллона, находящегося в горизонтальном положении запрещается.

Ацетилен

- Для работы с ацетиленом используйте только соответствующий редуктор. При прокладке газовых коммуникаций запрещается применять элементы, изготовленные из меди, серебра или ртути (ртутные вакуумные затворы); а также их сплавы, поскольку данные химические элементы способны образовывать ацетилениды при повышенном давлении.
- Ацетилен, поставляющийся в баллонах, содержит летучие растворители (ацетон). При падении давления в баллоне ниже 70 psi следует заменить баллон во избежание диффузии ацетона в газовую ацетиленовую смесь.

Закись азота

- Закись азота (монооксид азота) – это бесцветный газ со сладковатым запахом, применяемый в качестве дополнительного окислителя в ацетиленовом пламени. Закись азота стабильна при нормальной температуре и растворима в воде, спиртах и концентрированной серной кислоте. Работа с закисью азота требует вентиляции, поскольку это соединение обладает наркотическими свойствами.

Пропан-бутановая смесь

- Основными компонентами пропан-бутановой смеси являются пропан и бутан. Смесь легко воспламеняется, поэтому, перед началом эксплуатации оборудования убедитесь в наличии принудительной вентиляции.

Кислород

- **Использовать кислород для атомно-абсорбционной спектроскопии категорически запрещается.**

Сжатый воздух

- Сжатый воздух должен быть полностью очищен от влаги и следов масла. Требуется

установить масляный и воздушный фильтры на соответствующую газовую линию.

После окончания работы

- После окончания работы выключайте газы.

Газовые редукторы

- Периодически проверяйте газовые редукторы и магистрали на наличие утечек и/или повреждений.

Регулировка давления

- Перед установкой газового редуктора, убедитесь, что выходной патрубок газового баллона и гайка редуктора чистые - на них отсутствует грязь и пыль.
- Утечка газа из баллона может быть обусловлена неправильным соединением газового баллона с редуктором или поврежденной резьбой на баллоне. В этом случае следует заменить баллон.

Открытие и закрытие вентиля газового баллона

- Перед открытием вентиля на баллоне убедитесь, что вентиль газового редуктора закрыт. Открывайте вентиль только с помощью специального ключа. В случае тугого хода вентиля запрещается применять молоток.
- Убедитесь в отсутствии утечек газа в месте соединения баллона с редуктором. Для этого обработайте соединение мыльной водой. В случае появления мыльных пузырей (обнаружена утечка) закройте вентиль газового баллона и устраните утечку.
- Для проверки утечки на газовой магистрали откройте вентиль ацетиленового редуктора только на 1 – 1,5 оборота.

Сервисное обслуживание баллонов

Баллон с ацетиленом

Атомно-абсорбционный спектрометр для эксплуатации в пламенном режиме требует ацетилен высокой чистоты (для фотометрии). Ниже представлены инструкции по безопасному использованию и хранению ацетилена.

- Установите газовый баллон на хорошо проветриваемое место, избегая попадания прямых солнечных лучей на баллон. Запрещается размещать спектрометр и баллон в одной комнате.
- Температура баллона не должна превышать 40°C, источники открытого пламени должны быть удалены от баллона на расстояние не менее чем 3 метра.
- Баллон должен быть установлен вертикально и надежно зафиксирован.
- Для работы с ацетиленом используйте только соответствующий редуктор. При прокладке газовых коммуникаций запрещается применять элементы, изготовленные из меди, серебра или ртути (ртутные вакуумные затворы); а также их сплавы, поскольку данные химические элементы способны образовывать ацетилениды при повышенном давлении.
- По окончании работы перекрывайте вентиль баллона.
- Периодически выполняйте проверку газового редуктора на предмет присутствия утечек.
- Перед установкой редуктора всегда проверяйте наличие грязи и следов масла в патрубке баллона и газовой магистрали.
- Перед открытием вентиля баллона убедитесь, что вентиль газового редуктора полностью закрыт. Проверяйте утечки на редукторе с помощью мыльного раствора.
- Открывайте вентиль на баллоне с ацетиленом только специальным ключом и не более чем на 1-1,5 оборота.
- С помощью вентиля газового редуктора установите значение выходного давления, равное 0,1 МПа. Запрещается повышать выходное давление ацетилена выше 0,12 МПа, поскольку ацетилен нестабилен при высоких давлениях.
- В ацетиленовом баллоне содержится ацетон. В том случае, если давление в баллоне упадет, ниже 0,5 МПа, баллон следует немедленно заменить, поскольку ацетон

может смешиваться с ацетиленом и проникать в газовую магистраль и узлы прибора.

Баллон с закисью азота

- Откройте вентиль баллона, затем вентилем редуктора установите правильное значение давления. Перед поджигом пламени выполняйте тест на утечки газа. **Эксплуатация закиси азота при наличии утечки категорически запрещается.**
- Обращайте внимание на давление в баллоне с закисью азота. В том случае, если значение давления меньше 100 psi, баллон следует заменить.
- Давление на выходе из редуктора должно составлять 35 psi.

Баллон с пропан-бутановой смесью

- При замене баллона проверьте уплотнительную шайбу, и только затем устанавливайте редуктор.
- Перед выполнением поджига проверяйте наличие утечки газа. **Эксплуатировать пропан-бутановую смесь при наличии утечки запрещается.**
- Для баллона с пропан-бутановой смесью используйте редукторы с выходным давлением 5 кПа.

Баллон с аргоном

- Перед выполнением поджига проверяйте наличие утечки газа. **Эксплуатировать аргон при наличии утечки запрещается.**
- Обращайте внимание на давление в баллоне с аргоном. В том случае, если значение давления меньше 145 psi, баллон следует заменить.

■ Меры по безопасности при работе со спектрометром

При эксплуатации оборудования следует учитывать следующие меры по безопасности.

Сенсор утечки горючего газа

В случае утечки горючего газа срабатывает сигнал тревоги. Для этого используется сенсор горючих газов, расположенный внутри прибора рядом с входным газовым штуцером. Сенсор срабатывает в том случае, если включено внешнее питание спектрометра. В случае срабатывания сенсора включается звуковая сирена и блокируется газовая магистраль.

Внимание: в случае срабатывания сирены следует немедленно отключить питание прибора и перекрыть ацетилен. Продолжать эксплуатацию оборудования можно только после устранения утечки.

Контроль давления газов

В том случае, если значение давления газов (ацетилена, закиси азота или сжатого воздуха) выходит за границы рабочих диапазонов, срабатывает система автоматического гашения пламени. В случае если значение давления аргона выходит за границы рабочего диапазона, электротермический атомизатор автоматически отключается.

Система защиты электротермического атомизатора

В том случае, если защитная заслонка между пламенным и электротермическим атомизаторами не установлена, операция поджига пламени блокируется.

Система защиты сливной ловушки

В том случае, если уровень жидкости в сливной ловушки мал, операция поджига пламени блокируется.

Система защиты горения

В том случае, если процесс горения проходит с нарушениями или пламя не поджигается, на дисплей ПК выводится сообщение об ошибке.

Система аварийного выключения

В случае аварийной ситуации воспользуйтесь системой аварийного выключения и перекройте газ.

Выключение оборудования в аварийной ситуации

- Выключите питание спектрометра.
- Перекройте вентили на баллонах с ацетиленом, пропан-бутановой смесью, закисью азота и аргоном.
- Выключите питание водяной системы охлаждения.
- Выключите воздушный компрессор.

■ Общие предостережения

При эксплуатации оборудования следует учитывать следующие общие предостережения.

- Используйте горелки, предназначенные для работы с соответствующими пламенными режимами.
- Категорически запрещается держать лицо или руки над горелкой во время поджига или во время горения пламени. Запрещается напрямую смотреть на пламя (с открытой обзорной дверцей). Запрещается держать руки над камерой атомизатора или смотреть на пламя сверху. Перед выполнением процедуры поджига закрывайте обзорную дверцу.
- Запрещается выполнять процедуру поджига без установленной горелки.
- Запрещается выполнять процедуру поджига без установленного распылителя.
- Запрещается выполнять процедуру поджига в случае, если уровень жидкости в сливной ловушке мал.
- Запрещается снимать горелку, если горит пламя.
- Запрещается прикасаться к неостывшей горелке.
- Запрещается прикасаться к неостывшей горелке.
- Запрещается прикасаться к включенным спектральным лампам, особенно к дейтериевой.
- Запрещается помещать руку в ламповую турель.
- Запрещается помещать руку над устройством поджига и над датчиком горения.
- Запрещается устанавливать посторонние предметы в гнездо лампы.
- Запрещается снимать защитную заглушку электротермического атомизатора при включенном пламени.
- Перед выполнением поджига следует проверить газовые потоки.
- Запрещается прикасаться к обзорной дверце при включенном пламени.
- Запрещается помещать какие-либо предметы в пламя.
- Запрещается пользоваться пламенем для любых целей кроме проведения атомно-абсорбционного анализа.
- Запрещается использование электрической розетки без заземления.
- Некоторые лампы с полым катодом содержат опасные и ядовитые вещества (мышьяк, бериллий, ртуть, селен, и т.д.). Электроды некоторых спектральных ламп при экспозиции на воздухе или при попадании воды могут воспламениться (к примеру, K, Na, Li). При утилизации и хранении ламп следует обратить на это внимание.

■ Предостережения при работе с пламенем ацетилен-закись азота

При эксплуатации оборудования в пламенном режиме и типе пламени ацетилен-закись азота следует учитывать следующие предостережения.

- Пламя ацетилен-закись азота образует сажу, при работе с ним убедитесь в том, что принудительная вентиляция функционирует правильно.
- Следите за правильным значением уровня потока закиси азота.
- Чувствительность анализа может быть отрегулирована стехиометрией пламени

(изменением отношения потока окислителя к горючему газу).

- Для работы с пламенем ацетилен – закись азота, прежде всего, выполните поджиг в режиме ацетилен – воздух. Программное обеспечение выполнит регулировку потоков газов перед переходом к режиму ацетилен – закись азота. При выключении пламени программное обеспечение сначала переключает пламя в режим ацетилен – воздух, а затем выключает подачу ацетилена.
- Перед переключением прибора в режим пламени ацетилен – закись азота требуется дать прибору прогреться в режиме пламени ацетилен – воздух.
- Во время работы в режиме ацетилен – закись азота на щели горелки образуется сажа. Во избежание аварийной ситуации сажу следует немедленно удалять с помощью специального инструмента (включен в комплект поставки).
- В случае если значение давления в баллоне с ацетиленом ниже 70 psi, следует выполнить замену баллона.
- Работать с пламенем ацетилен – закись азота разрешается только с закрытым обзорным окном.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ОБОРУДОВАНИЯ

Введение

Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 это автоматический интеллектуальный инструмент для проведения атомно-абсорбционного анализа в пламенном и электротермическом режиме. Пламенный атолизатор предназначен для работы в следующих режимах: ацетилен – воздух, ацетилен – закись азота, пропан-бутановая смесь - воздух. Прибор управляется с помощью персонального компьютера с операционной системой MicrosoftWindows®. Спектрометр А-2 снабжен двумя системами коррекции фонового излучения: дейтериевой системой и системой Смита-Хифти (коррекция по самообращению спектральной линии). Настройка длины волны, процедура поиска пика, регулировка ширины спектральной щели, переключение спектральных ламп, регулировка высоты и положения атолизаторов выполняются в автоматическом режиме. Для различных режимов измерения в программном обеспечении имеются наборы предварительно настроенных параметров, при этом данные наборы параметров могут быть перенастроены пользователем в соответствии с методическими указаниями для проведения конкретного анализа. Эти изменения могут быть записаны в файл (также как и калибровочные кривые), и вызваны заново при необходимости. Переключение между пламенным и электротермическим атолизаторами выполняется автоматически. Измерения в обоих режимах могут проводиться с применением автосэмплера.

Спектрометр А-2 по желанию Пользователя может быть сконфигурирован в трех вариантах:

1. Пламенный режим
2. Электротермический режим
3. Комбинированный пламенный и электротермический режим с автоматическим переключением.

1.1. Применение

Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 применяется для качественного и количественного анализа следового содержания различных химических элементов. Атомно-абсорбционный анализ широко используется в экологических исследованиях, в медицинских исследованиях, в металлургии, в геологии, при контроле безопасности продуктов питания, в агрохимии и в других прикладных и научных исследованиях.

1.2. Основы метода

Источник света (спектральная лампа с полым катодом) испускает характеристическое излучение, поглощаемое определенным элементом во время атолизации. Содержание анализируемого элемента определяется по значению спектрального поглощения.

1.3. Отличительные особенности

1. Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 позволяет проводить анализ в пламенном или электротермическом режиме (в зависимости от конфигурации).
2. Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 снабжен двумя системами коррекции фонового излучения: дейтериевой системой и системой Смита-Хифти (коррекция по самообращению спектральной линии), что позволяет Пользователю подобрать более правильные условия для каждого анализа.
3. Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 управляется с помощью персонального компьютера с операционной системой MicrosoftWindows® и программного обеспечения AAWinPro. Данное программное обеспечение (далее ПО) обеспечивает управление прибором, проведение измерений, обработку данных, сохранение и загрузку параметров измерения, результатов и калибровочных кривых, подготовку и печать отчетов.
4. Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 обладает следующими автоматическими функциями:

- Автоматическая установка потока горючих газов (ацетилена, пропан-бутановой смеси) и оптимизация соотношения потоков горючего азота и окислителя.
- Автоматическое распознавание типа горелки.
- Автоматическое переключение в режим пламени ацетилен – закись азота.
- Автоматическая регулировка высоты горелки для оптимальных условий измерения.
- Автоматическое переключение лампы с помощью 8-ламповой турели.
- Автоматический поджиг двух ламп (одна в режиме работы, вторая – в режиме прогрева).
- Автоматическое переключение атомизаторов.
- Автоматическое переключение делительного зеркала для режима дейтериевой коррекции.
- Автоматическое спектральное сканирование и поиск спектрального пика.
- Автоматическое пятиуровневое усиление.
- Автоматическая установка напряжения фотоумножителя и тока лампы, автоматическая балансировка энергии ламп, автоматический поджиг пламени.
- Возможность тонкой настройки многих параметров инструмента.

1.4. Спецификация

Характеристика		Значение
Спектральный диапазон		190-900 нм
Источник света	Тип	Лампа с полым катодом, дейтериевая лампа
	Тип модуляции	Прямоугольный импульсный сигнал
	Частота модуляции	100 Гц (в режиме коррекции по Смиуту-Хифти), 400 Гц (в режиме дейтериевой коррекции)
Оптическая система	Монохроматор	Монохроматор Черни-Тернера
	Оптический диспергирующий элемент	Плоская дифракционная решетка
	Число штрихов	1800 штрихов/мм
	Длина волны для угла блеска	250 нм
	Фокус	300 мм
	Ширина щели	0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 мм
	Режим сканирования	Автоматический
Оптическая схема		Однолучевая
Типы атомизаторов		Три типа титановых горелок, устойчивая к коррозии распылительная камера, высокоэффективный стеклянный распылитель, автоматическая установка высоты горелки
Система обработки данных	Режимы измерения	Пламенный метод, электротермический метод. Поглощение, пропускание измерение концентрации, интенсивность эмиссии
	Режим сбора данных	Продолжительный, высота пика, площадь пика
	Выходные данные	Вывод данных и статуса инструмента в реальном времени на дисплей ПК и принтер. Выводятся результаты измерений, калибровочная кривая, профиль сигнала, параметры прибора и графическая информация
	Функции обработки данных	Метод калибровки, метод стандартных добавок, интерполяция. Время интегрирования: 0.1 – 20 с. Задержка при дозировании: 0 – 20 с, число стандартных образцов (1-8), число анализируемых образцов (0-100), среднее значение, стандартное отклонение, относительное стандартное отклонение, коэффициент корреляции, значения концентрации.
Хранение данных		Результаты анализа, параметры инструмента и измерения, профиль сигнала, калибровочные кривые.
Требования к электропитанию		Основное электропитание: 220 В, 50 Гц, 200 Вт Питание графитовой печи: 220 В, потребляемая мощность при коротком импульсе 8 кВт.
Габариты		1100 мм × 535 мм × 540 мм, масса 130 кг

1.5. Техническое описание

1. Длина волны и точность:
 - 1.1 Спектральный диапазон: 190-900 нм
 - 1.2 Монохроматор: типа Черни-Тернера
 - 1.3 Точность установки длины волны: 0,15 нм
 - 1.4 Разрешение: $< 0,2 \text{ нм} \pm 0,02 \text{ нм}$
 - 1.5 Ширина щели: 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 нм (с автоматическим переключением)
2. Стабильность: дрейф базовой линии менее $\pm 0,002$ е.о.п. за 30 минут

1.6. Стандартная комплектация

1. Основной блок
2. Программное обеспечение: AAWin Pro
3. Стандартные аксессуары
4. Вспомогательные аксессуары:
 - Автосэмплер
 - Генератор гидридов
 -

Внимание: стандартная комплектация может быть изменена без дополнительных уведомлений. Для проверки комплектации используйте упаковочный лист.

ГЛАВА 2. УСТАНОВКА И ВВОД В ЭКСПЛУАТАЦИЮ

2.1. Требования к рабочему месту

2.1.1. Требования к условиям эксплуатации

Оборудование следует располагать вдали от сильных электромагнитных полей, от источников отопления, от сильных источников света. Лаборатория, в которой планируется установка оборудования, должна быть расположена вдали от оборудования или мастерских, являющихся источником сильных вибраций. Инструмент должен быть расположен вдали от прямых солнечных лучей, дыма, пыли, паров. Лаборатория, в которой планируется установка оборудования, должна быть отделена от лабораторий, в которых проводятся препаративные исследования. Помещение должно быть чистым, рабочая температура воздуха: 15-30⁰С, относительная влажность менее 70%.

2.1.2. Требования к рабочему месту

Габаритные размеры основного прибора составляют 1100 мм × 535 мм × 540 мм, габаритные размеры блока питания графитовой печи составляют 500 мм × 500 мм × 450 мм. Лабораторный стол должен соответствовать габаритам оборудования (в зависимости от конфигурации). Рекомендуемая высота стола 0,75 м. Стол должен быть устойчивым и иметь цельную плоскую поверхность. Слева от спектрометра следует оставить как минимум 0.5 м для доступа к прибору при обслуживании.

В лаборатории должна быть установлена принудительная вентиляция (см. рис. 2-1).

2.1.3. Требования к электропитанию

- Основной блок спектрометра требует однофазного питания, 220В±10%/5А, рекомендуется использовать сетевой фильтр или стабилизатор напряжения с мощностью более 1.5 кВт.
- Воздушный компрессор и дополнительное оборудование должны быть подключены к электропитанию 220В.
- Для блока питания графитовой печи требуется отдельная линия электропитания

220В/40А и мощностью 5 кВт. Требуется применять автоматический или плавкий предохранитель, рассчитанный на мощность 40А.

2.1.4. Требования к источникам газов

- **Воздух:** Значение давления воздуха на выходе из компрессора должно быть установлено равным 32 psi.
- **Ацетилен:** Значение давления ацетилена на выходе из баллона должно быть установлено равным 9 psi. Значение чистоты ацетилена должно составлять более 99.9%. Баллон с ацетиленом должен быть снабжен ацетиленовым редуктором. В газовую магистраль должно быть установлено устройство защиты от пламени.
- **Аргон:** Значение давления аргона на выходе из баллона должно быть установлено равным 70 psi. Значение чистоты аргона должно составлять более 99.99%. Баллон с аргоном должен быть снабжен кислородным редуктором или редуктором для инертных газов.

2.1.5. Требования к водяному охлаждению

Для охлаждения графитовой печи должна быть установлена рециркуляционная система водяного охлаждения. Значение скорости потока воды должно быть более 1,5 л/мин.

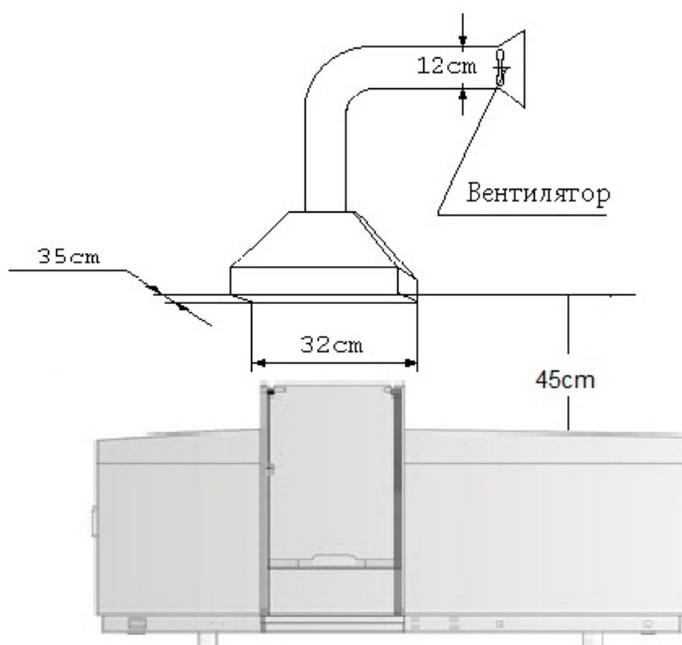


Рис. 2-1. Установка вентиляционного оборудования

2.2. Подготовка к установке

После распаковки оборудования проверьте комплектацию согласно упаковочному листу. Убедитесь, что основной прибор, аксессуары, расходные материалы, изделия из стекла и документация присутствуют и не имеют механических повреждений. Если это не так – немедленно свяжитесь с Поставщиком Оборудования для устранения проблемы.

Внимательно изучите Руководство по Эксплуатации, ознакомьтесь с принципом работы оборудования, со схемой прибора и с условиями эксплуатации.

Для проведения установки оборудования потребуются следующие **стандартные растворы и вещества:** деионизованная вода (1 класс), стандартный раствор ионов меди с концентрацией 2 ppm, стандартный раствор ионов свинца с концентрацией 5 ppm, стандартный раствор ионов меди с концентрацией 20 ppm (для электротермического режима).

2.3. Установка оборудования

Внимание: данная глава предназначена для сервисных инженеров поставщика оборудования.

2.3.1. Установка лотка для образцов

Ослабьте винты на передней панели прибора и установите лоток для образцов согласно Рис. 2-2. После установки лотка затяните винты.

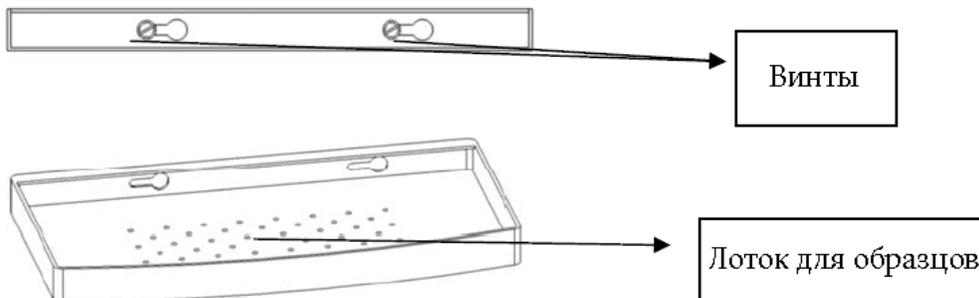


Рис. 2-2. Установка лотка для образцов

2.3.2. Подключение

1. Подключение компьютерных коммуникаций

В атомно-абсорбционном спектрометре А-2 предусмотрены два интерфейса подключения персонального компьютера - RS-232 и USB. Соответствующие разъемы находятся на задней панели прибора. В зависимости от возможностей персонального компьютера Пользователя выберите наиболее подходящий интерфейс и выполните подключение с помощью соответствующего кабеля.

2. Установка основного блока спектрометра

Установите основной блок спектрометра на лабораторном столе, подключите кабель электропитания и газовые соединения в соответствии с Рис. 2-3.

Подключение электропитания к основному блоку спектрометра. Подключите кабель электропитания к разъему, расположенному в правом нижнем углу задней панели прибора (см. рис. 2-3).

Подключение газовых шлангов.

Воздух: присоедините зеленый газовый шланг требуемой длины к выходу воздушного компрессора (к компрессору присоедините соответствующий штуцер) и к входному штуцеру, расположенному на задней панели прибора (рис. 2-4).

Ацетилен: присоедините красный газовый шланг требуемой длины к выходу ацетиленового редуктора и к входному штуцеру, расположенному на задней панели прибора (рис. 2-4).

Закись азота: присоедините синий газовый шланг требуемой длины к выходу редуктора на баллоне с закисью азота и к входному штуцеру, расположенному на задней панели прибора (рис. 2-4).

Пропан-бутановая смесь: присоедините желтый газовый шланг требуемой длины к выходу редуктора на баллоне с пропан-бутановой смесью и к входному штуцеру, расположенному на задней панели прибора (рис. 2-4).

Сливной шланг:

- Смонтируйте датчик измерения уровня жидкости на заднюю панель спектрометра и подключите электропитание датчика.
- Подключите прозрачный шланг (уже подключен к нижней стороне прибора) к нижнему штуцеру датчика уровня жидкости.

- Подключите один конец прозрачного шланга к верхнему штуцеру датчика уровня жидкости, а другой конец к емкости для сливной жидкости. Шланг должен быть достаточной длины для того, чтобы попадать в емкость для слива, но в то же время он не должен касаться жидкости в емкости, поскольку это может вызвать перепад давления в системе.
- Наполните датчик уровня жидкости деионизованной водой. Носик промывочной бутылки с водой при этом должен быть вставлен в отверстие для заполнения.

Внимание! Датчик уровня жидкости должен быть обязательно наполнен водой. При работе с пламенем всегда проверяйте уровень жидкости. В том случае, если уровень мал, пламя будет гаснуть.

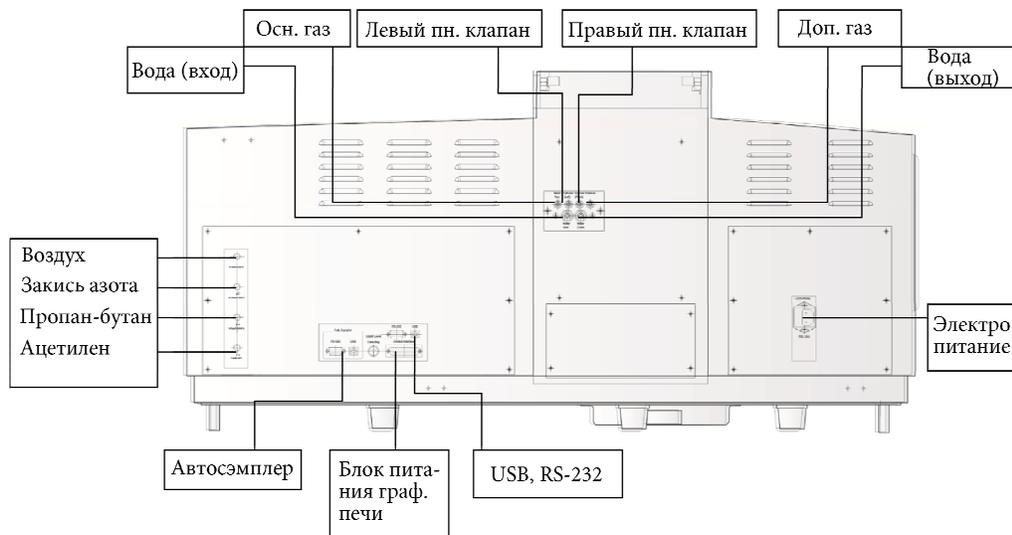


Рис. 2-3. Задняя панель спектрометра

3. Установка блока питания электротермического атомизатора

С помощью специального кабеля подключите основной блок спектрометра к блоку питания электротермического атомизатора (см. рис. 2-3 и 2-4).

Подсоедините газовые шланги основного газа, дополнительного газа, пневматических клапанов (см. рис. 2-3 и 2-4). Магистраль аргона подключается к входному штуцеру аргона, расположенному на задней панели блока питания электротермического атомизатора (рис. 2-4).

Подсоедините шланги водяного охлаждения. Используйте шланги белого цвета (входят в комплект поставки).

Один конец первого шланга присоедините к выходному штуцеру водяного циркуляционного охладителя, второй конец этого шланга – к входному штуцеру блока питания графитовой печи. Второй отрезок шланга одним концом присоедините к выходному штуцеру блока питания графитовой печи, а другим – к входному штуцеру водяного охлаждения основного блока спектрометра. Третий отрезок шланга одним концом присоедините к выходному штуцеру водяного охлаждения основного блока спектрометра, а вторым – к входному штуцеру циркуляционного водяного охладителя.

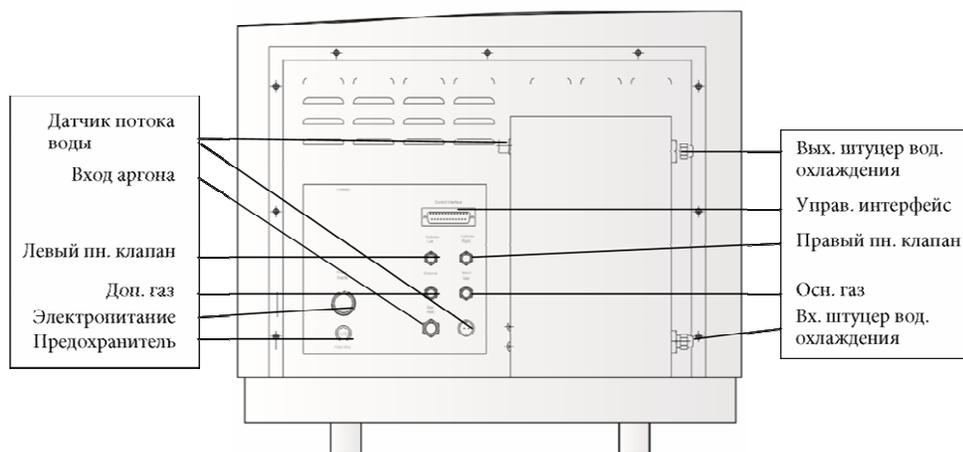


Рис. 2-4. Задняя панель блока питания электротермического атомизатора

4. Подключение электропитания

Подключите кабель электропитания блока электротермической атомизации к однофазному источнику переменного тока 220В/40А.

Внимание! Данное подключение должно быть согласовано с соответствующими службами лаборатории.

5. Установка спектральных ламп

Атомно-абсорбционный спектрометр А-2 снабжен 8-позиционной ламповой турелью, расположенной в отсеке источников света, находящимся в левой верхней части спектрометра. Установите требуемые спектральные лампы с полым катодом на пронумерованные картриджи, а их подключите к соответствующим разъемам турели.

6. Установка защитной заглушки атомизатора

В том случае, если требуется работать с пламенным атомизатором, установите защитную заглушку электротермического атомизатора. В том случае, если требуется работать с электротермическим атомизатором, удалите защитную заглушку.

2.4. Приемка оборудования в соответствии с ISO/IEC 27001

В том случае, если требуется выполнить приемку оборудования в соответствии с ISO/IEC 27001, необходимо выполнить тесты IQ/OQ/PQ. Процедура тестирования описана в Руководстве по валидации атомно-абсорбционного спектрометра А-2.

ГЛАВА 3. ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ AAWin

3.1. Установка программного обеспечения

Программное обеспечение AAWin(далее ПО) – это инструмент для управления атомно-абсорбционным спектрометром, сбора и обработки результатов.

ПОAAWin может быть установлена на персональный компьютер под управлением операционной системы Microsoft Windows XP/Vista/7.

Минимальная конфигурация персонального компьютера определяется требованиями используемой операционной системы. Рекомендуемая конфигурация для ОС MicrosoftWindowsXP: IBM-PC совместимый компьютер, процессор 800 МГц, оперативная память не менее 512 Мб, жесткий диск более10 Гб.

Установка программного обеспечения осуществляется с компакт-диска. Вставьте установочный диск в оптический привод персонального компьютера. Откройте содержимое компакт-диска любым файловым менеджером и запустите программу «Setup.exe». Появится окно мастера установки программы (рис. 3-1).



Рис. 3-1. Мастер установки ПО AAWin

Следуйте советам мастера установки программного обеспечения. После окончания установки программы в меню «Start»/«Programs» («Пуск»/«Программы») появится папка «AAWin» и в ней ярлык ПО «AAWin» (рис. 3-2).



Рис. 3-2. ПО «AAWin» в меню «Пуск» ОС WindowsXP

3.2. Типы файлов в ПО AAWin

ПО AAWinPro может создавать и открывать файлы следующего типа:

- AMD – файлы результатов измерений, в них хранятся результаты измерений и калибровочная кривая.
- .SGL – файлы профиля сигнала.
- В дополнение к этим файлам также поддерживаются некоторые другие типы файлов для экспорта данных.
- .DOC – экспортирование результатов в формате MicrosoftWord.
- .XLS – экспортирование результатов в формате MicrosoftExcel.
- .TXT – экспортирование результатов в текстовом формате (UNICODE).

3.3. Введение в ПО AAWin

Запустите программу «AAWin», дважды нажав левую клавишу мыши на соответствующем ярлыке на рабочем столе или воспользуйтесь ярлыком, расположенным в меню «Пуск». После появления стартового окна программы и прохождения процедуры инициализации появится основное окно программы «AAWin» (рис. 3-3).

Это окно содержит 4 секции (рис. 3-4):

- Секция органов управления (меню, панель управления, строка динамического вывода данных);
- Секция графиков (графики калибровочных кривых, графики профилей аналитического сигнала);
- Таблица результатов измерений;
- Строка состояния.

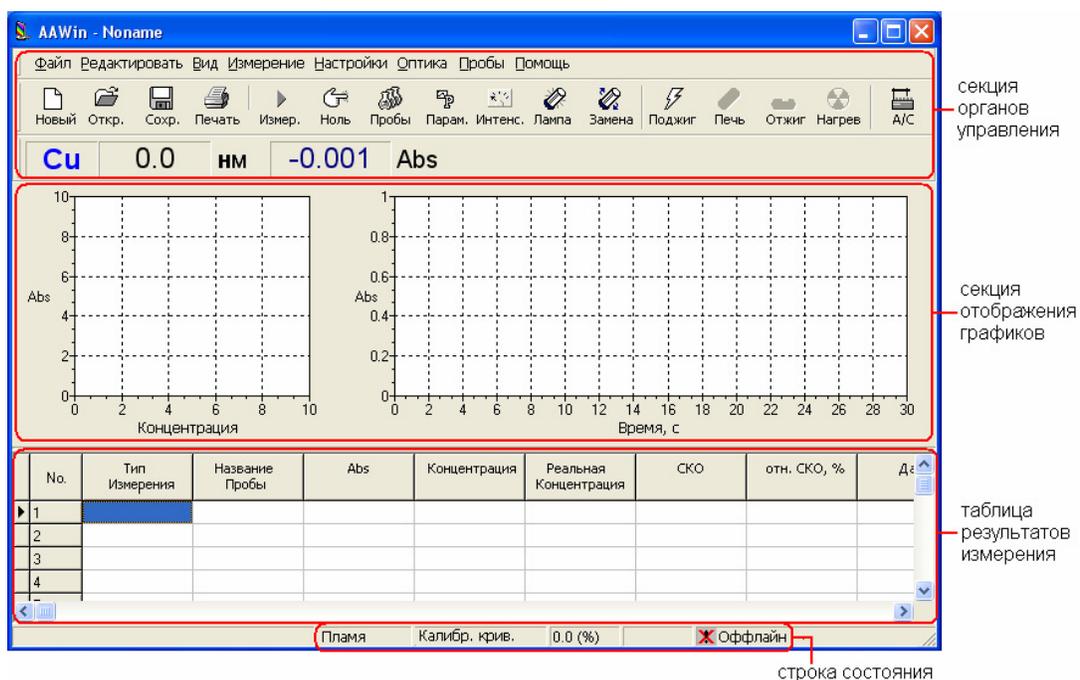


Рис. 3-3. Главное окно ПО «AAWin»

3.4. Секция органов управления

Секция органов управления включает в себя все функции управления спектрометром. С помощью этой секции вы можете проводить любые действия, касающиеся измерений. Секция содержит три части – меню, панель управления и строку динамического вывода данных.

3.4.1. Главное меню

Главное меню располагается горизонтально в верхней части основного окна программы «AAWin» и обеспечивает доступ ко всем командам, используемым в программе (рис. 3-4).



Рис. 3-4. Главное меню ПО «AAWin»

Меню содержит восемь пунктов:

- Файл
- Редактировать
- Вид
- Измерение
- Настройки
- Оптика
- Пробы
- Помощь

3.4.1.1 «Файл»

Этот пункт меню включает в себя подпункты, управляющие файлами результатов измерений (рис. 3-5).

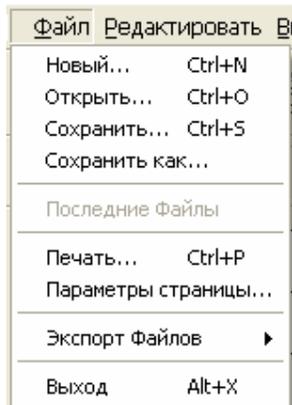


Рис. 3-5. Секция «Файл» главного меню AAWin

«**Новый**» (комбинация клавиш **Ctrl+N**) – этот пункт позволяет создать пустой файл измерения. Необходимо отметить, что нажав на этот пункт меню, вы удалите все предыдущие результаты измерения вместе с калибровочными кривыми и графиками.

«**Открыть**» (комбинация клавиш **Ctrl+O**) – этот пункт используется в том случае, если вы хотите открыть уже существующий файл измерения. Нажмите на этот пункт, появится окно «Открыть файл», выберите файл, который вы хотите открыть из списка и дважды нажмите на него или нажмите кнопку «Открыть» (рис. 3-6).

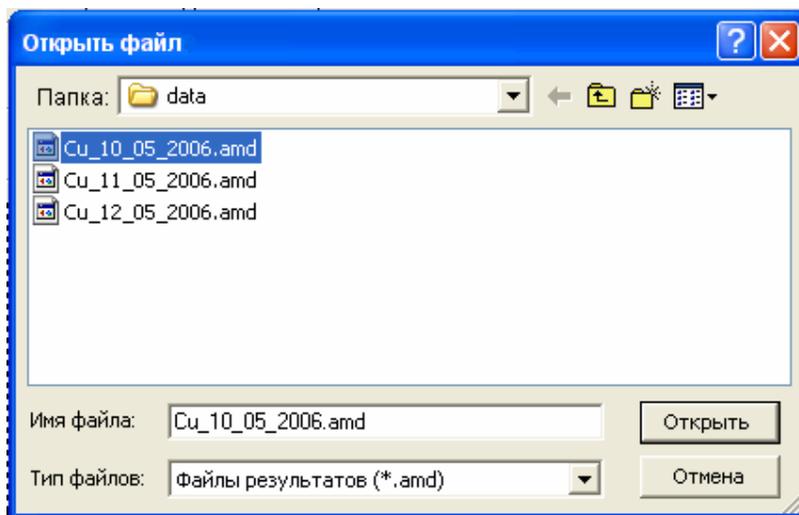


Рис. 3-6. Окно «Открыть файл»

«**Сохранить**» (комбинация клавиш **Ctrl+S**) – этот пункт используется для сохранения результатов из текущей таблицы измерений в файл. Выберите этот пункт меню, появится окно «Сохранить файл» (рис. 3-7).

Введите имя сохраняемого файла и нажмите кнопку «Сохранить». Система сохранит данные в файл с указанным именем. Если имя файла, который вы указали, уже существует, система сообщит об этом и спросит, хотите ли вы перезаписать существующий файл. Если вы нажмете «Да», существующий файл будет перезаписан, если вы нажмете «Нет», вы вернетесь к окну «Сохранить файл», где сможете исправить имя сохраняемого файла.

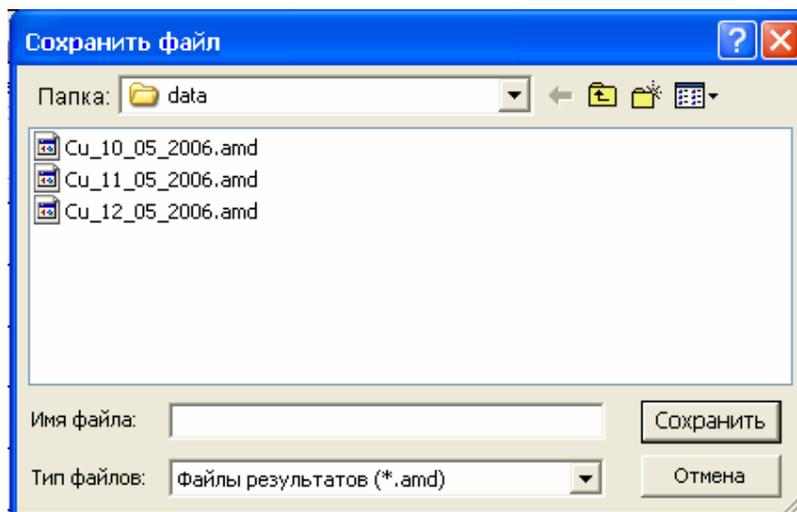


Рис. 3-7. Окно «Сохранить файл»

Вы также можете использовать этот пункт меню, если вы работаете с уже сохраненным файлом и вносите в него какие-либо изменения или дополнения. В этом случае использование меню «Сохранить» к тому, что произведенные изменения автоматически дописываются в уже открытый файл, окно «Сохранить файл» при этом не появляется.

«**Сохранить как**» – этот пункт меню служит для сохранения данных в файл с новым именем. Если результаты измерений не были до этого сохранены, нет разницы, пользоваться этим пунктом или пунктом «Сохранить». Если данные уже были сохранены, система предложит сохранить изменения или дополнения в новый файл и далее вы будете производить операции с уже новым файлом.

«**Последние файлы**» – этот пункт дает возможность перезагрузить недавно созданные файлы. Нажмите на этот пункт и выберите из списка файл, который бы вы хотели перезагрузить. Подробнее о настройках для этого пункта меню в п. 10.1.1.6.

«**Печать**» – этот пункт позволяет вам выводить на печать полученные данные. Выберите этот пункт меню, появится окно выбора содержимого для печати (рис. 3-8):

Кривая измерения – выбрав эту функцию, вы распечатаете текущую кривую измерения.

Профиль сигнала – произведет печать текущего профиля сигнала.

Калибровочная кривая – произведет печать калибровочной кривой

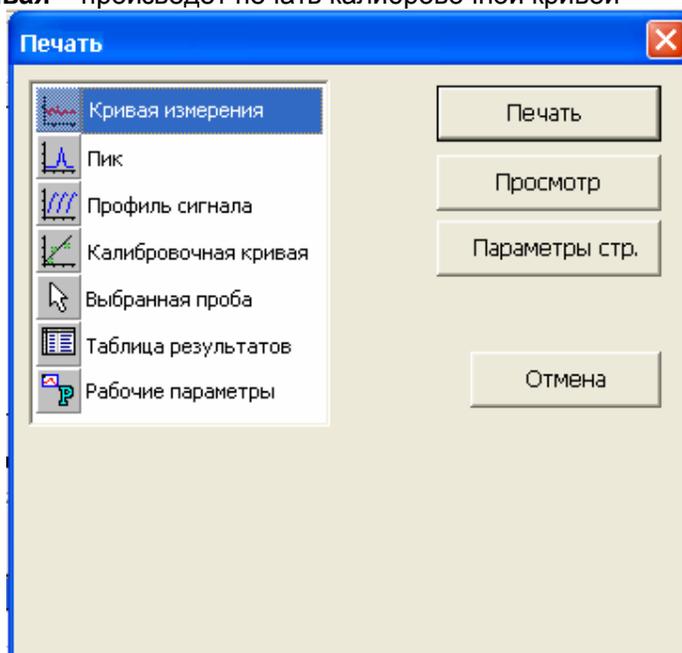


Рис. 3-8. Окно «Печать»

Пик – выведет на печать текущий спектр или поиск линии.

Выбранная проба – результаты измерения выделенной пробы в таблице измерений.

Таблица результатов – печать таблицы результатов измерений

Рабочие параметры – текущие параметры спектрометра.

Выберите, что вы хотите распечатать, и нажмите кнопку «Печать». Вы можете также произвести предварительный просмотр выбранного для печати отчета, нажав кнопку «Просмотр» (рис. 3-9).

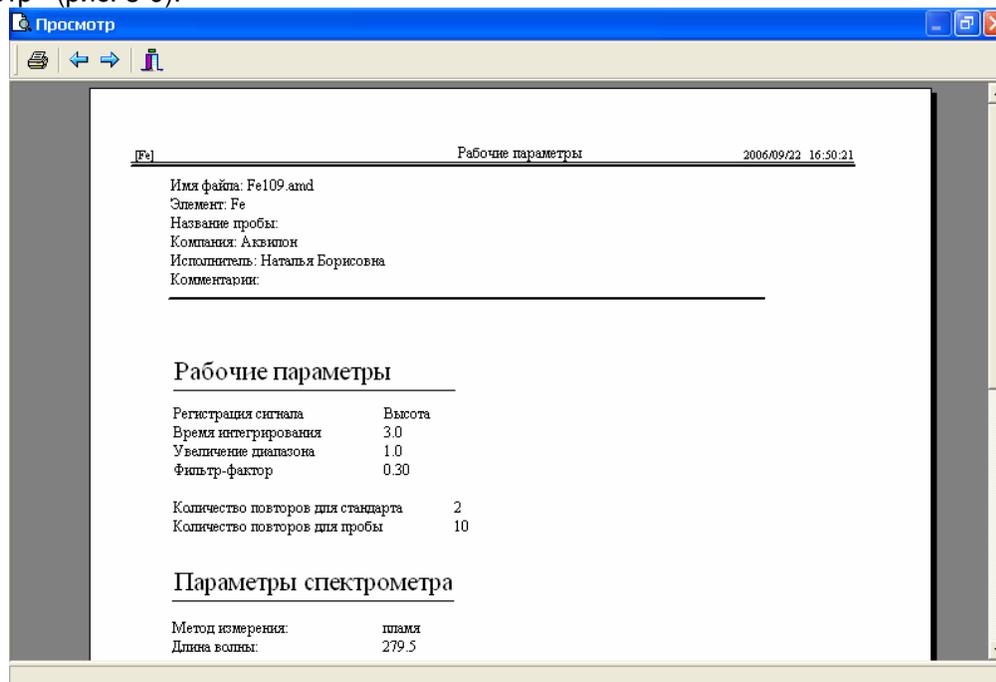


Рис. 3-9. Окно «Предварительный просмотр»

Если вас устраивает отчет, его можно распечатать из окна предварительного просмотра, нажав кнопку «». Если была выбрана таблица измерений, вы можете воспользоваться кнопками «» и «», чтобы полностью просмотреть ее. Нажав кнопку «» вы выйдете из окна предварительного просмотра.

«**Параметры страницы**» – этот пункт служит для установки размера распечатываемых графиков, типа и размера шрифта. Появится окно «Параметры страницы» выбора типа и размера шрифта и размера графиков (рис. 3-10).

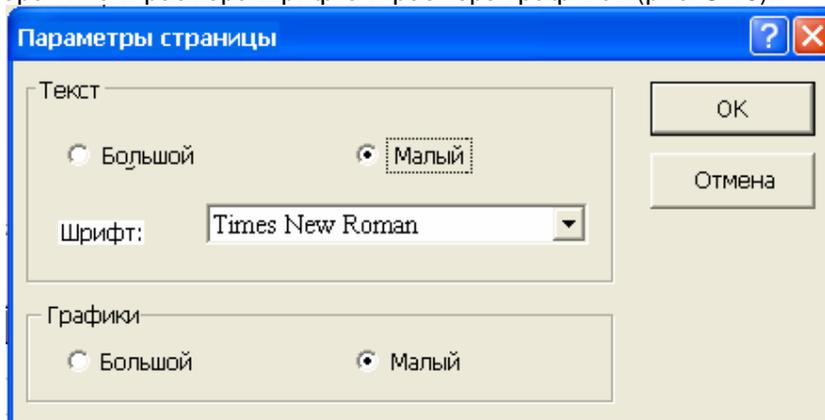


Рис. 3-10. Окно «Параметры страницы»

В верхней секции этого окна выбирается размер шрифта (большой или малый), для выбора типа шрифта воспользуйтесь выпадающим меню. В нижней секции окна можно выбрать размер рисунков (большой или малый).

«Экспорт файлов» – этот пункт позволяет выбрать формат файла для экспорта и вывода результатов. «AAWin» позволяет экспортировать полученные результаты в MSWord, MSeXcel и в текстовый файл. Выбор формата файла для экспорта осуществляется из подпунктов меню «Экспорт файлов» (рис. 3-11).

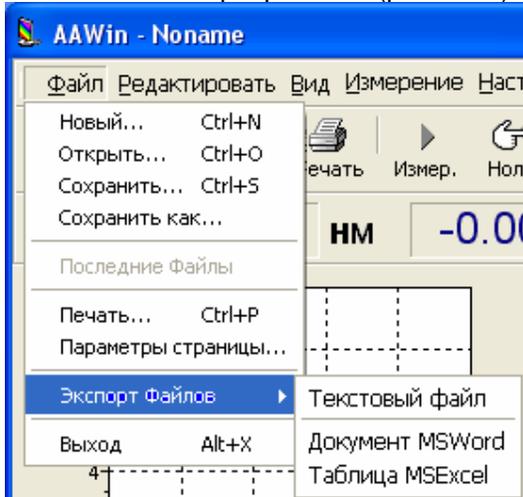


Рис. 3-11. Окно «Экспорт файлов»

После того, как вы выбрали формат файла для экспорта, появится окно «Сохранить файл», введите в соответствующую строку имя файла и нажмите кнопку «Сохранить», появится окно экспорта с прогресс-индикатором (рис 3-12).

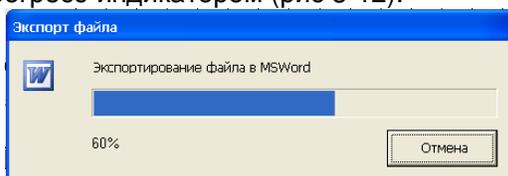


Рис. 3-12. Окно экспорта файла с прогресс-индикатором

«Экспорт в базу данных» – этот пункт позволяет экспортировать результаты анализа в базу данных под управлением MicrosoftSQLServer, к примеру, если Лаборатория оснащена LIMS-системой. При выборе данного пункта меню откроется окно мастера экспорта в базу данных (рис. 3-13).

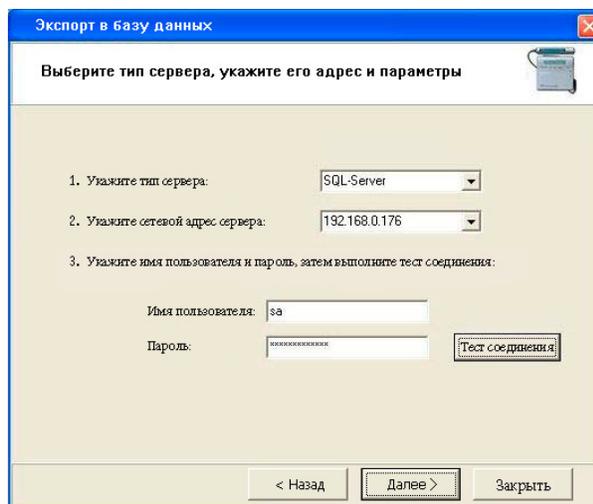


Рис. 3-13. Окно экспорта в базу данных

После ввода всех необходимых параметров нажмите «Далее». В следующем окне выполните настройку экспортируемых данных.

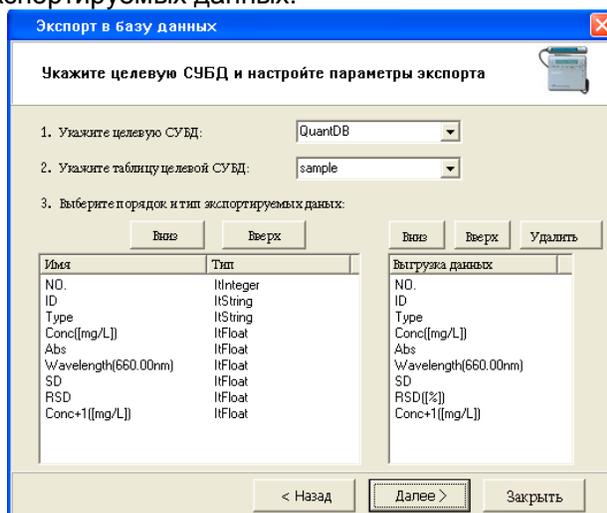


Рис. 3-14. Окно настройки экспорта в базу данных

Внимание: настройка элементов СУБД требует специальных познаний в области баз данных и LIMS-систем. Перед выполнением настройки экспорта ознакомьтесь с документацией по используемой в лаборатории СУБД и проконсультируйтесь с Администратором LIMS-системы.

«**Выход**» этот пункт позволяет выйти из программы «AAWin». В том случае, если перед тем, как воспользоваться этим пунктом меню, вы не сохранили текущие результаты, система спросит, сохранить ли их. После того, как вы вышли из программы «AAWin», выключите спектрометр и дополнительное оборудование в соответствии с руководством по эксплуатации.

3.4.1.2 «Правка»

Это меню содержит команды, позволяющие редактировать таблицу результатов (рис. 3-15).

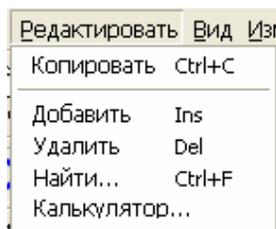


Рис. 3-15. Секция «Правка» главного меню AAWin

«**Копировать**» –эта команда позволяет копировать выделенный фрагмент таблицы результатов в буфер обмена и вставлять их затем в другие приложения (MicrosoftWord, MicrosoftExcel).

«**Добавить**» –добавляет пустую строку для пробы в окне таблицы результатов.

«**Удалить**» – удаляеттекущую строку из таблицы результатов.

«**Найти**» – ищет по таблице результатов, где стоит курсор.

«**Калькулятор**» –открывает приложение «Калькулятор» из пакета стандартных программ MicrosoftWindows.

3.4.1.3 «Вид»

Этот пункт меню содержит команды, позволяющие показывать или скрывать строку

состояния, секцию калибровочных кривых и графика сигнала, настраивать панель управления и таблицу результатов (рис. 3-16).



Рис. 3-16. Секция «Вид» главного меню AAWin

«Панель управления» - этот пункт делится на два подпункта «Показать названия» и «Скрыть» (рис. 3-17).

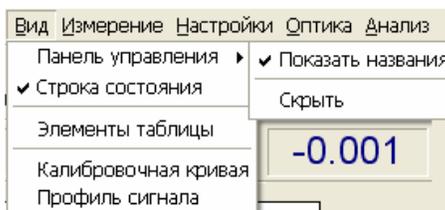


Рис. 3-17. Меню «Панель управления»

«Показать названия» – включение этой опции отображает название команд на панели управления, выключение – убирает название команд в панели управления (рис. 3-18 и 3-19).



Рис. 3-18. Вид панели управления при включенной опции «Показать названия».



Рис. 3-19. Вид панели управления при выключенной опции «Показать названия».

«Скрыть» – включение этой опции позволяет скрыть панель управления.

«Строка состояния» – выбор этой опции позволяет показать строку состояния.

«Элементы таблицы» – позволяет настроить таблицу результатов (скрыть ненужные столбцы таблицы). Кроме того, здесь можно задать формат даты и времени. Выберите эту команду, появится окно настроек таблицы результатов (рис 3-20).

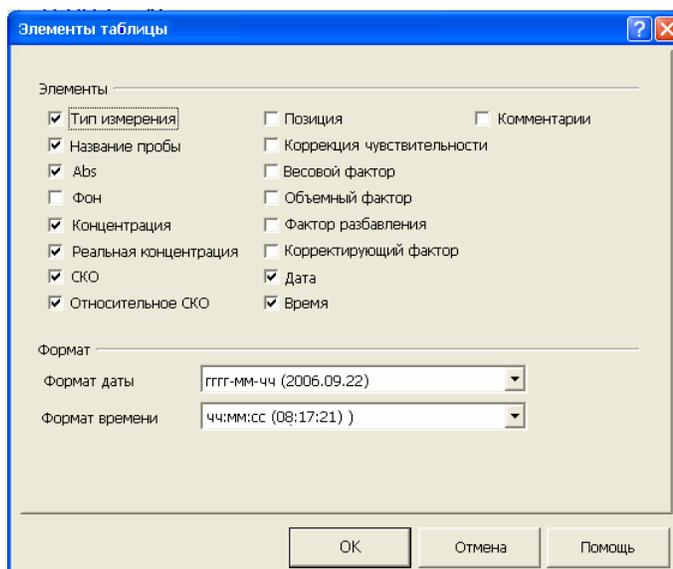


Рис. 3-20. Окно настроек таблицы результатов

Вы можете выбрать какие столбцы отображать в таблице результатов (столбцы «Тип измерения», «Название пробы» и «Abs» не могут быть скрыты). В нижней части окна вы можете выбрать формат для даты и времени.

«**Калибровочная кривая**» - воспользуйтесь этой функцией, если вам нужно вывести или исправить калибровочную кривую. Появится окно калибровочной кривой (рис. 3-21).

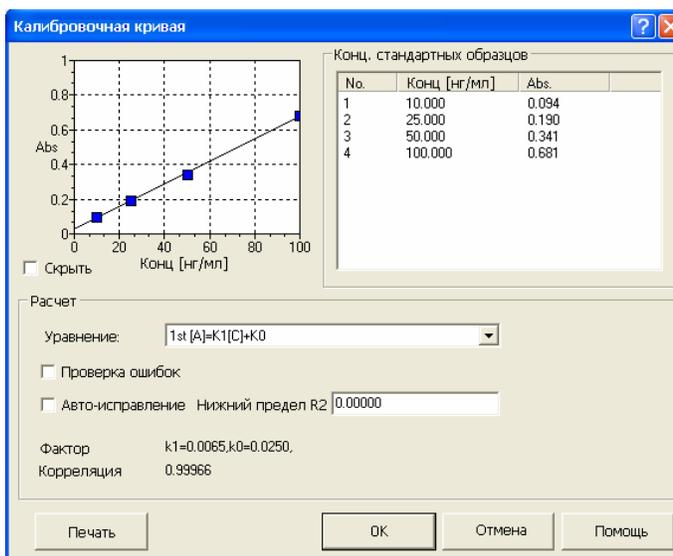


Рис. 3-21. Окно «Калибровочная кривая»

Вы можете скрыть график калибровочной кривой в основном окне программы, воспользовавшись опцией «Скрыть», изменить порядок калибровочного уравнения в выпадающем меню «Уравнение», или распечатать текущую калибровочную кривую, нажав кнопку «Печать».

«**Профиль сигнала**» - воспользовавшись этой функцией после окончания измерений, вы можете найти профиль сигнала для каждого измерения (рис. 3-21).

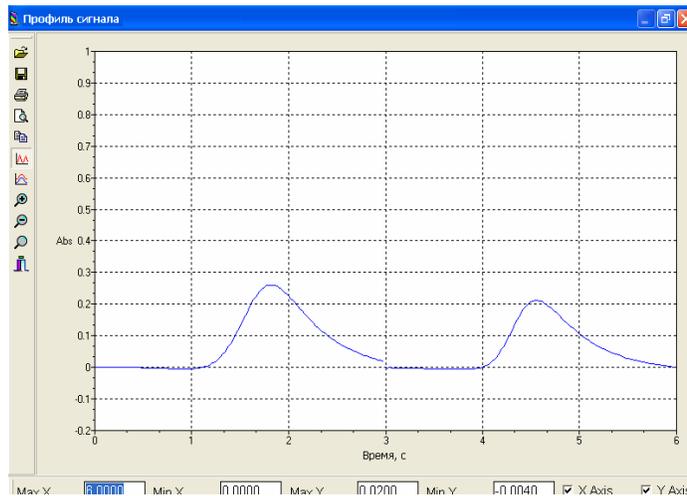


Рис. 3-22. Окно «Калибровочная кривая»

В левой части окна «Профиль сигнала» расположены кнопки панели управления этого окна:

-  «Открыть» -открывает сохраненный ранее на диск файл, в том случае, если текущий сигнал не был сохранен, система спросит, сохранять ли его.
-  «Сохранить» -сохраняет текущий профиль сигнала в файл.
-  «Печать» -распечатывает текущий профиль сигнала вместе с результатами измерения.
-  «Копировать» -копирует текущий профиль сигнала в буфер обмена для использования в других программах.
-  «Непрерывный показ» -переключает секцию, где расположен график профиля сигнала, в непрерывный режим (рис.10-19).
-  «Перекрывающийся показ» -переключает секцию, где расположен график профиля сигнала, в режим, где все профили наложены друг на друга (рис. 10-20).
-  «Увеличить» -увеличивает график профиля сигнала.
-  «Уменьшить» -уменьшает график профиля сигнала.
-  «Восстановить» -возвращает график профиля сигнала к исходному размеру, если ранее пользователь использовал кнопки «Увеличить» и/или «Уменьшить».
-  «Выход» -закрывает окно профиля сигнала.

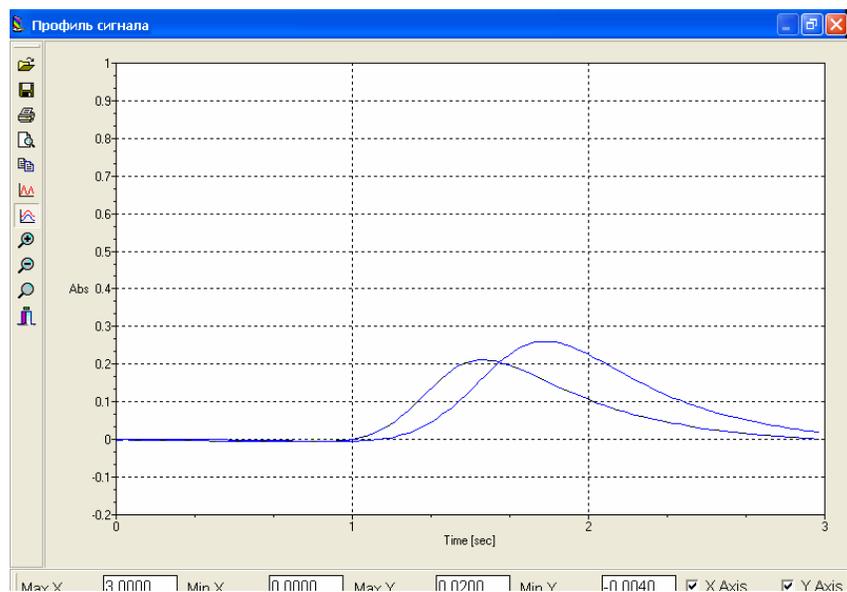


Рис. 3-23. График профилей сигнала в режиме наложения

3.4.1.4 «Вид»

Этот пункт меню содержит три функции – «Пуск», «Корректировка нуля» и «Перемерить» (повторное проведение анализа) (рис. 3-24).

Измерение	Настройки	Оптика
Пуск		F5
Корректировка нуля		F4
Перемерить		

Рис. 3-24. Меню «Измерение»

«Пуск» - запускает процедуру измерения.

«Корректировка нуля» - запускает процедуру корректировки нуля для текущих данных.

«Перемерить» - проводит измерение заново, если пользователь не удовлетворен результатами измерения пробы.

3.4.1.5 «Настройка»

В этом пункте меню собраны команды, позволяющие выставить рабочие параметры спектрометра – длину волны, пропускание, ток лампы, напряжение ФЭУ, режим измерения, режим коррекции фона, программу нагрева графитовой кюветы, лампы элемента, параметры измерения и т.д. (рис. 3-25).



Рис. 3-25. Меню «Настройка»

Функции меню «Настройки» подробно описаны в Главе 4 настоящего Руководства.

3.4.1.6 «Пробы»

Этот пункт меню содержит функции для установки параметров измерения, помощник установки проб и функцию установки некоторых управляющих возможностей системы (рис. 3-26).

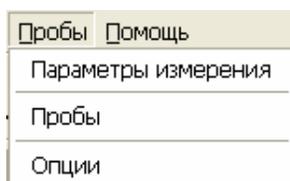


Рис. 3-26. Меню «Пробы»

«Параметры измерения» – вызывает окно параметров измерения (подробнее в п.12.2).

«Пробы» – вызывает помощник установки проб (подробнее в п.12.1).

«Опции»–выберите этот пункт меню, появится окно для установки некоторых возможностей системы. Это окно содержит 3 листа. Первый лист «Обычные» посвящен установке обычных параметров (рис. 3-27).

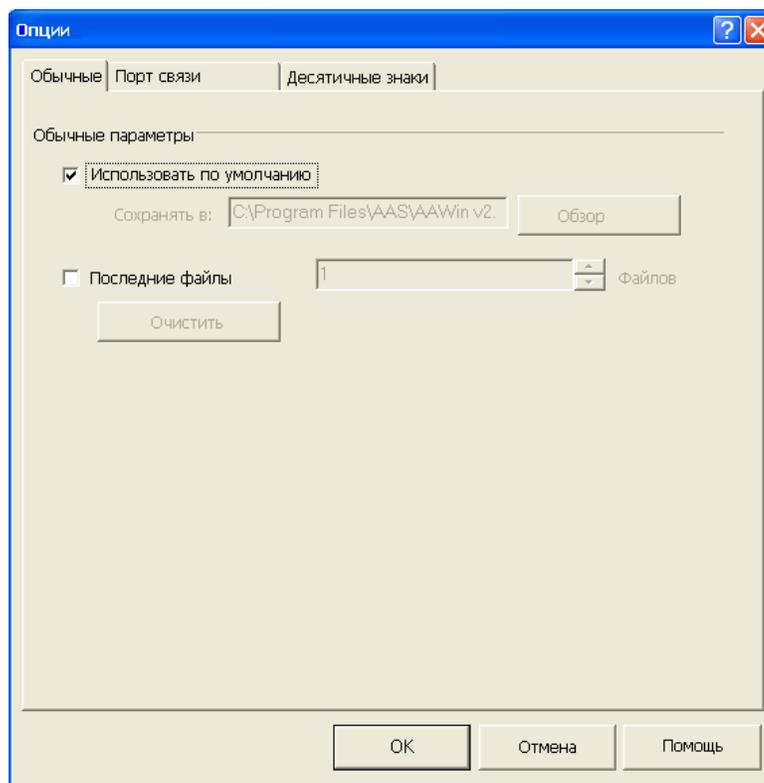


Рис. 3-27. Окно «Опции»

Это окно состоит из трех листов.

Лист «Обычные»:

«**Использовать по умолчанию**» (по умолчанию использовать папку для хранения файлов). При выборе этой опции при сохранении или загрузке файлов результатов будет показываться папка, указанная в соответствующем поле.

«**Последние файлы**» (список недавно использовавшихся файлов) – чтобы создать такой список, введите количество файлов в соответствующем поле. Чтобы очистить список, нажмите кнопку «Очистить».

Лист «Порт связи» дает возможность выбора порта связи, к которому подключен спектрометр (рис. 3-28).

В выпадающем меню «Порт» выберите соответствующий порт, чтобы подтвердить изменение, нажмите кнопку «Применить». Система произведет соединение со спектрометром через этот порт. Если соединение установлено, статус изменится на «Онлайн», если соединение по каким-то причинам не было установлено, статус останется «Оффлайн».

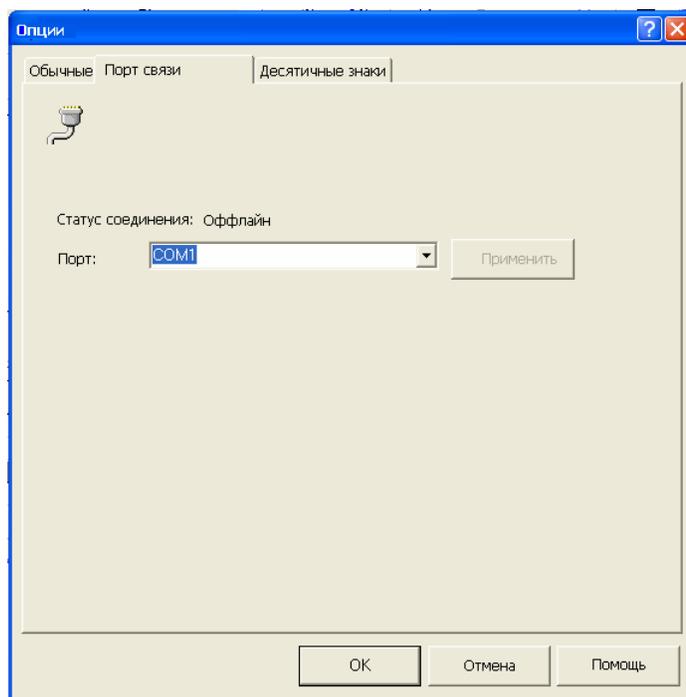


Рис. 3-28. Лист «Порт связи» окна «Опции».

Такой же статус содержит строка состояния основного окна программы. Если вы впервые запускаете программу «AAWin» и программа не может установить соединение со спектрометром, вы можете воспользоваться этим меню для того, чтобы выбрать правильный порт связи.

Лист «Десятичные знаки» служит для установки количества десятичных знаков у различных параметров (рис. 3-29).

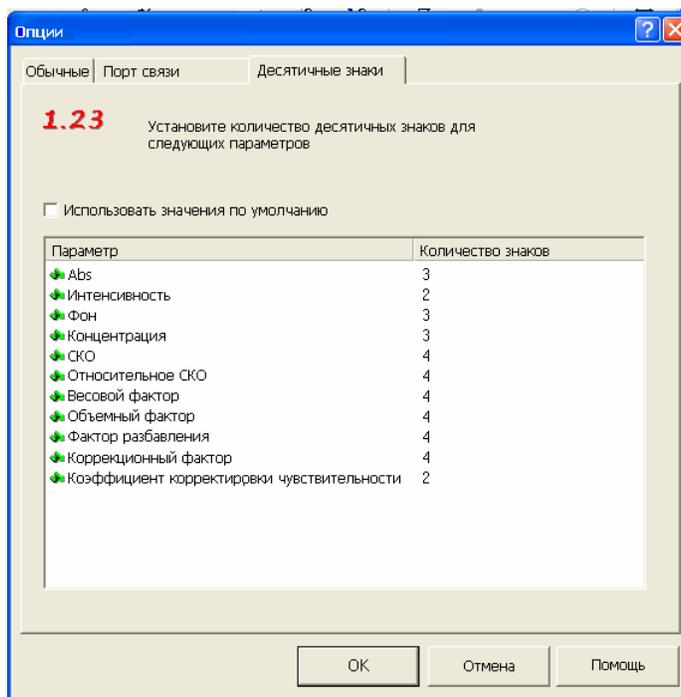


Рис. 3-29. Лист «Десятичные знаки» окна «Опции».

Нажмите дважды на параметр, точность выведения которого вы хотите изменить, появится окно, где в выпадающем меню вы можете выставить нужное количество

десятичных знаков и сохранить изменение, нажав кнопку «ОК» (рис. 3-30).

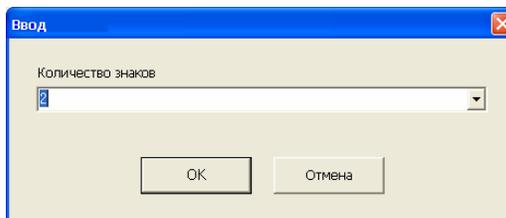


Рис. 3-30. Окно ввода количества десятичных знаков для выбранного параметра

Вы также можете выбрать опцию «Использовать значения по умолчанию», в этом случае система покажет в таблице рекомендуемые значения точности параметров, поменять их при установленном флажке не удастся.

3.4.1.7. «Оптика»

Этот пункт меню дает доступ к таким функциям как регулировка интенсивности, сканирование спектра/поиск пика, коррекция длины волны и комментарии (рис. 3-31).

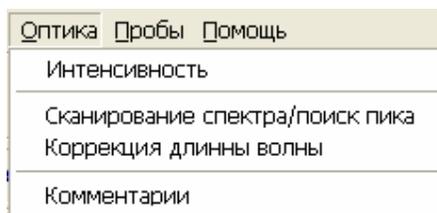


Рис. 3-31. Меню «Оптика»

«**Интенсивность**» - показывает текущую интенсивность и дает возможность ее отрегулировать.

«**Сканирование спектра/поиск пика**» - сканирует спектр и производит поиск пика.

«**Коррекция длины волны**» - если при поиске линии ошибка установки длины волны составляет больше ± 0.3 нм, можно воспользоваться этой функцией для коррекции установки длины волны.

«**Комментарии**» - эта функция позволяет делать комментарии к результатам анализа (название элемента, название образца, оператора спектрометра, комментарии), эти комментарии будут сохранены, в последствии их можно будет вывести на печать (рис. 3-32).

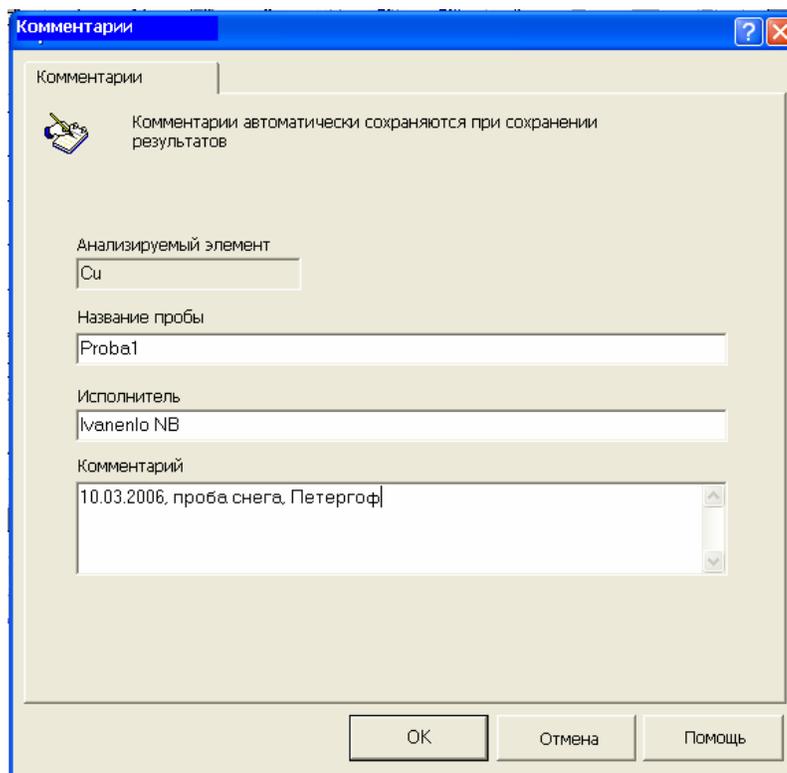


Рис. 3-32. Окно «Комментарии»

3.4.1.8. «Помощь»

Этот пункт меню позволяет ввести регистрационную информацию и выводит информацию о версии программы (рис. 3-33).

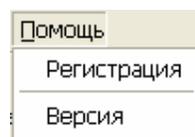


Рис. 3-33. Окно «Помощь»

«**Регистрация**» - позволяет ввести информацию о пользователе (рис. 3-34).

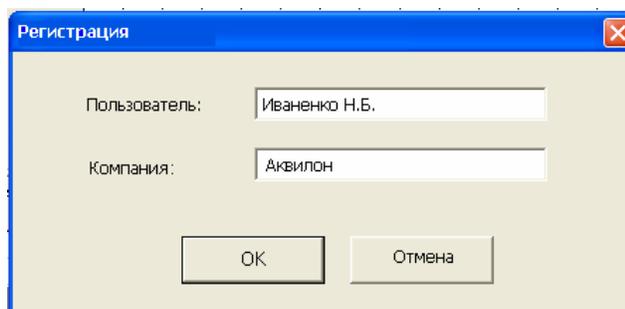


Рис. 3-34. Окно «Регистрация» ввода информации о пользователе

Введите в соответствующие поля информацию о пользователе и компании. Эти данные будут каждый раз выводиться на печать вместе с выбранными для печати результатами.

«**Версия**» - выводит информацию о версии программы (рис. 3-35).

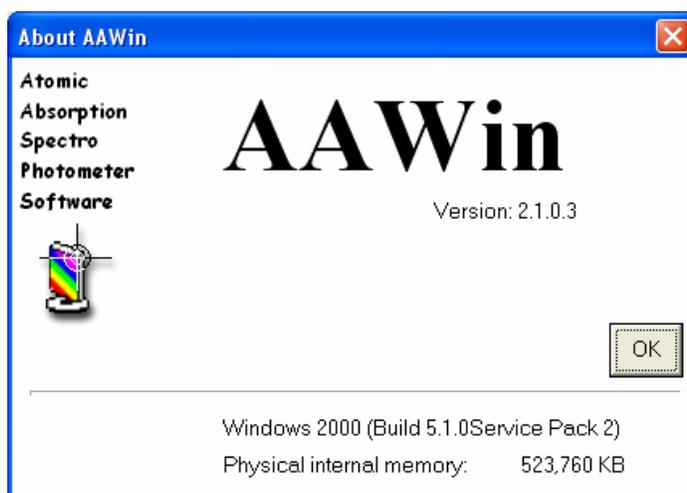


Рис. 3-35. Информация о версии программы

3.4.2. Панель управления

Панель управления расположена сразу под строкой меню в основном окне программы «AAWin» и содержит кнопки, позволяющие быстро выполнять некоторые функции меню.

-  **Новый** - выполняет те же функции, что и команда «Файл»/«Новый»
-  **Откр.** - выполняет те же функции, что и команда «Файл»/ «Открыть»
-  **Сохр.** - выполняет те же функции, что и команда «Файл»/ «Сохранить»
-  **Печать** - выполняет те же функции, что и команда «Файл»/ «Печать»
-  **Измер.** - выполняет те же функции, что и команда «Измерение»/ «Пуск»
-  **Ноль** - выполняет те же функции, что и команда «Измерение»/ «Корректировка нуля»
-  **Пробы** - выполняет те же функции, что и команда «Пробы»/ «Пробы»
-  **Парам.** - выполняет те же функции, что и команда «Пробы»/ «Параметры измерения»
-  **Интенс.** - выполняет те же функции, что и команда «Оптика»/«Интенсивность»
-  **Лампа** - выполняет те же функции, что и команда «Настройки»/«Ток лампы»
-  **Замена** - выполняет те же функции, что и команда «Настройки»/«Заменить лампу»
-  **Поджиг** - выполняет те же функции, что и команда «Настройки»/«Поджиг»



Печь - выполняет те же функции, что и команда «Настройки»/«Заменить графитовую печь»



Нагрев - выполняет те же функции, что и команда «Настройки»/«Программа нагревания»



Отжиг - функция очистки графитовой кюветы.



А/С - установка автосэмплера.



Пром. - функция промывки автосэмплера. Выполняется промывка капилляра автосэмплера.

3.4.3. Строка динамического вывода данных

Эта секция показывает в режиме реального времени такие характеристики проводимого измерения как анализируемый элемент, рабочая длина волны, Abs и значение фонового сигнала (рис. 3-36).



Рис. 3-36. Строка динамического вывода данных

Когда анализируемый элемент и длина волны меняется, секция также обновляется. Обновление значений Abs и фонового сигнала происходит раз в 0.5 секунды.

3.5. Секция отображения графиков

В программе «AAWin» вы можете установить параметры для любых типов графиков, кроме графика сигнала в режиме реального времени (для него установки такие же, как для профиля пика).

3.5.1. Установка параметров графиков

Наведите курсор на график, параметры которого вы хотите изменить, и нажмите правую кнопку мыши. В появившемся меню (рис. 3-37) выберите пункт «Параметры графика», откроется окно параметров графика (рис. 3-38).

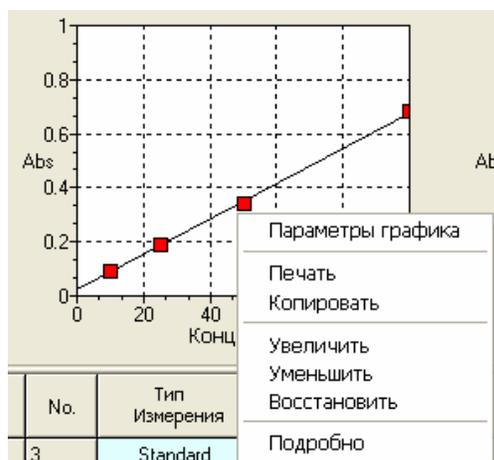


Рис. 3-37. Меню графика

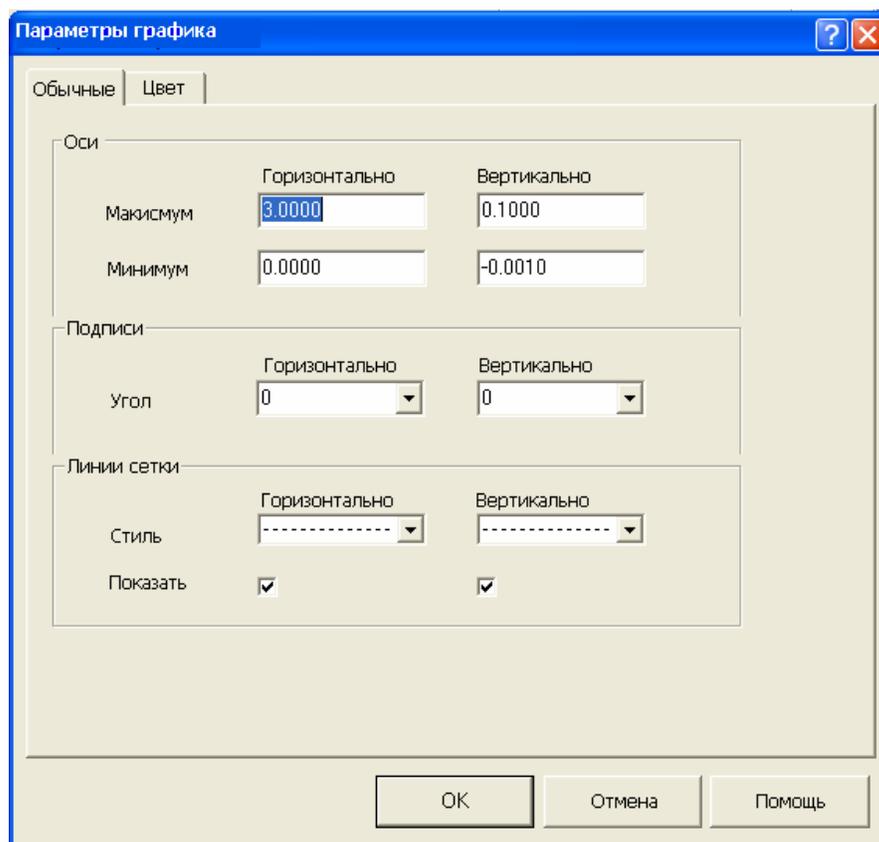


Рис. 3-38. Окно «Параметры графика»

Это окно содержит два листа.

Лист «Обычные». Лист состоит из трех секций. Секция «Оси» позволяет установить максимальный и минимальный пределы вертикальной и горизонтальной оси. Секция «Подписи» - угол ориентации надписей. Секция «Линии сетки» выбрать тип линий сетки или скрыть линии сетки, выбрав соответствующие опции.

Лист «Цвет» служит для выбора цветового решения графика (рис. 3-39).

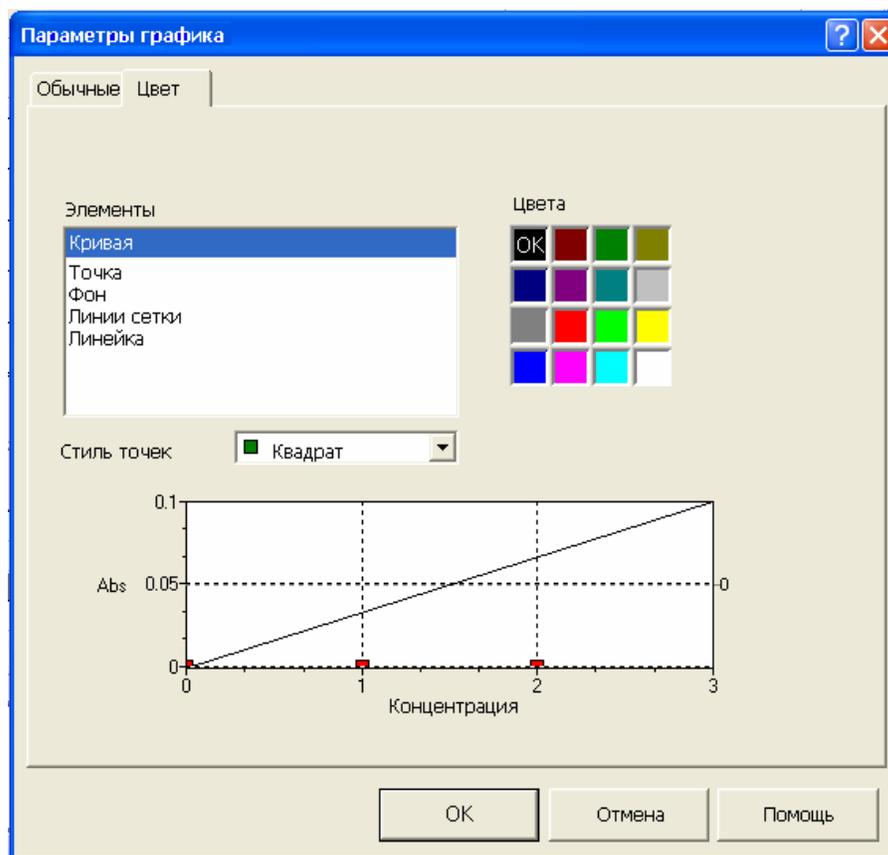


Рис. 3-39. Лист «Цвет» окна параметров графика

Выберите из списка элемент графика и установите для него цвет в таблице цветов. Для калибровочной кривой можно также выбрать форму точек кривой в выпадающем меню «Стиль точек».

3.5.2. Калибровочная кривая

Калибровочная кривая располагается в левой части секции отображения графиков. Она показывает текущую калибровочную кривую (рис. 3-40).

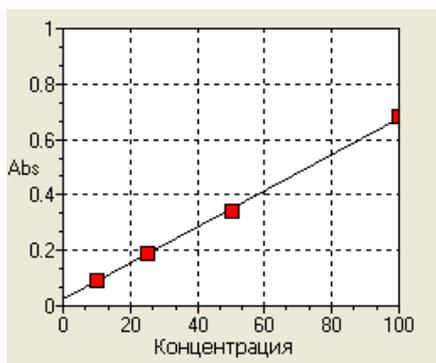


Рис. 3-39. График калибровочной кривой.

Наведите курсор на график и нажмите правую кнопку мыши, появится меню калибровочной кривой (рис. 3-40).

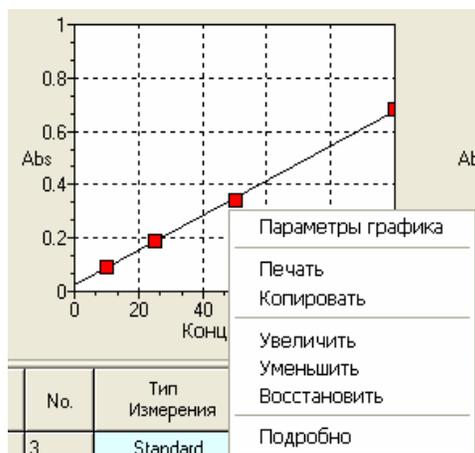


Рис. 3-40. Меню графика калибровочной кривой.

«**Параметры графика**» - открывает окно параметров калибровочной кривой.

«**Печать**» - выводит калибровочную кривую и результаты измерений стандартов на печать. Если калибровочная кривая не существует, этот пункт меню не активен.

«**Копировать**» - копирует текущую калибровочную кривую в буфер обмена.

«**Увеличить**» - увеличивает размер графика калибровочной кривой.

«**Уменьшить**» - уменьшает размер графика калибровочной кривой.

«**Восстановить**» - позволяет вернуться к стандартному размеру графика, после использования пунктов «Увеличить» и/или «Уменьшить».

«**Подробно**» - открывает окно калибровочной кривой.

3.5.3. График сигнала в реальном времени

Располагается в правой части секции графиков. Динамически отображает сигнал измерения (рис. 3-41).

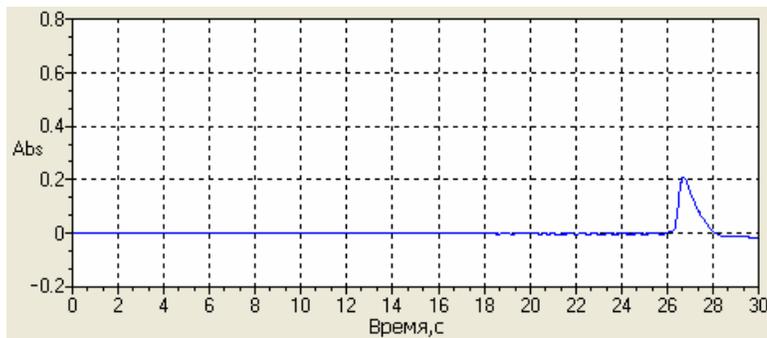


Рис. 3-41. Меню графика калибровочной кривой.

Наведите курсор на график и нажмите правую кнопку мыши, появится меню графика сигнала (рис. 3-42).

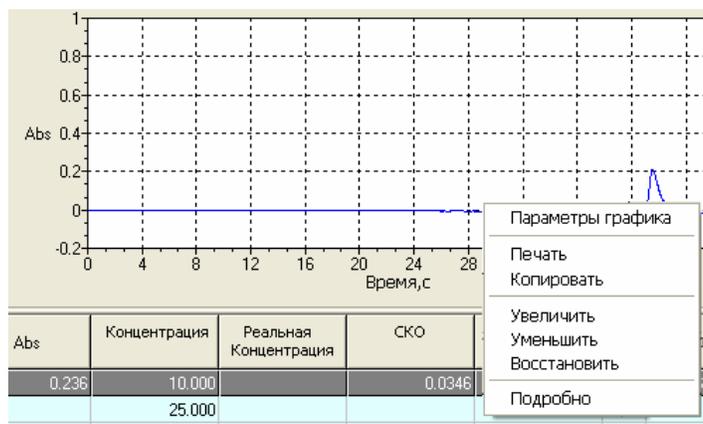


Рис. 3-42. Меню графика сигнала

- «Параметры графика» - открывает окно параметров графика сигнала.
- «Печать» - выводит калибровочную кривую и результаты измерений стандартов на печать. Если калибровочная кривая не существует, этот пункт меню не активен.
- «Копировать» - копирует текущий график сигнала в буфер обмена.
- «Увеличить» - увеличивает размер графика сигнала.
- «Уменьшить» - уменьшает размер графика сигнала.
- «Восстановить» - позволяет вернуться к стандартному размеру графика, после использования пунктов «Увеличить» и/или «Уменьшить».
- «Кривая сигнала» - открывает окно «Профиль сигнала» (рис. 3-43).

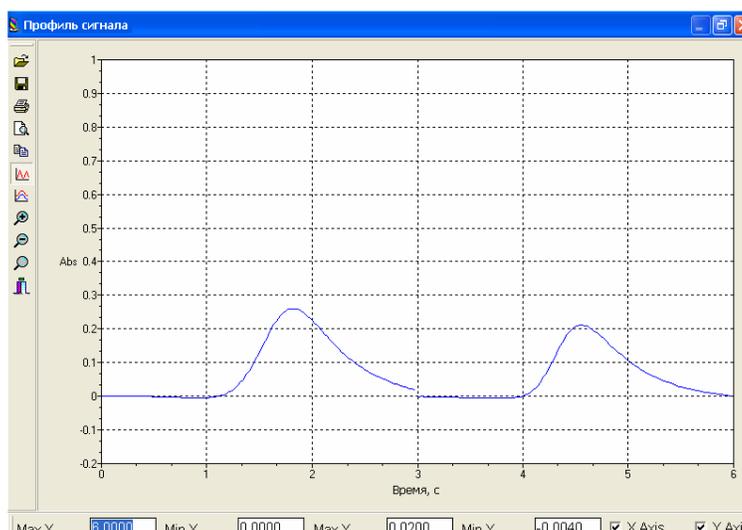


Рис. 3-43. Окно «Профиль сигнала»

3.6. Секция отображения графиков

Секция состоит из таблицы результатов измерений (рис. 3-44).

No.	Тип Измерения	Название Пробы	Abs	Концентрация	Реальная Концентрация	СКО	отн. СКО, %	Дт
2	-0.001	1.000		0.0021	-172.6506	2006.09.22	07:40:37	
3	0.002	2.000		0.0010	59.2282	2006.09.22	08:25:13	
4	-0.001	3.000		0.0008	-129.8324	2006.09.22	08:25:23	
5								

Рис. 3-44. Таблица результатов измерений

В самом левом столбце таблицы стоит флажок «▶», указывающий какое измерение проводится в данный момент, эта строка также отмечена цветом. После того как измерение закончено, флажок автоматически переустанавливается на следующее измерение.

Если текущее измерение было последним, после его окончания система автоматически добавит строку в таблицу измерения, чтобы пользователь при необходимости мог продолжить измерения.

Наведите курсор на таблицу результатов и нажмите правую кнопку мыши, появится меню таблицы результатов измерений (рис. 3-45).



Рис. 3-45. Меню таблицы результатов измерений

«**Редактировать**» - служит для редактирования таблицы, отредактировать можно название пробы, весовой фактор, объемный фактор, степень разбавления, коррекционный множитель и т.д.

«**Копировать**» - копирует данные из выделенных ячеек таблицы в буфер обмена.

«**Добавить**» - добавляет пустую строку в низ таблицы для новой пробы.

«**Удалить**» - удаляет строку в которой стоит курсор. Если анализ стандартных образцов закончен (построена калибровочная кривая), и вы удалите один из результатов для стандартного образца, система перестроит калибровочную кривую. Если осталась всего одна точка для калибровочной кривой – ее нельзя будет удалить.

«**Перемерить**» - команда позволяет провести еще раз анализ того образца, на котором стоит курсор.

«**Элементы таблицы**» - открывает окно настроек таблицы результатов (аналогично меню «Вид»/«Элементы таблицы»).

«**Параметры пробы**» - вызывает появление окна «Параметры пробы» (рис. 3-46).

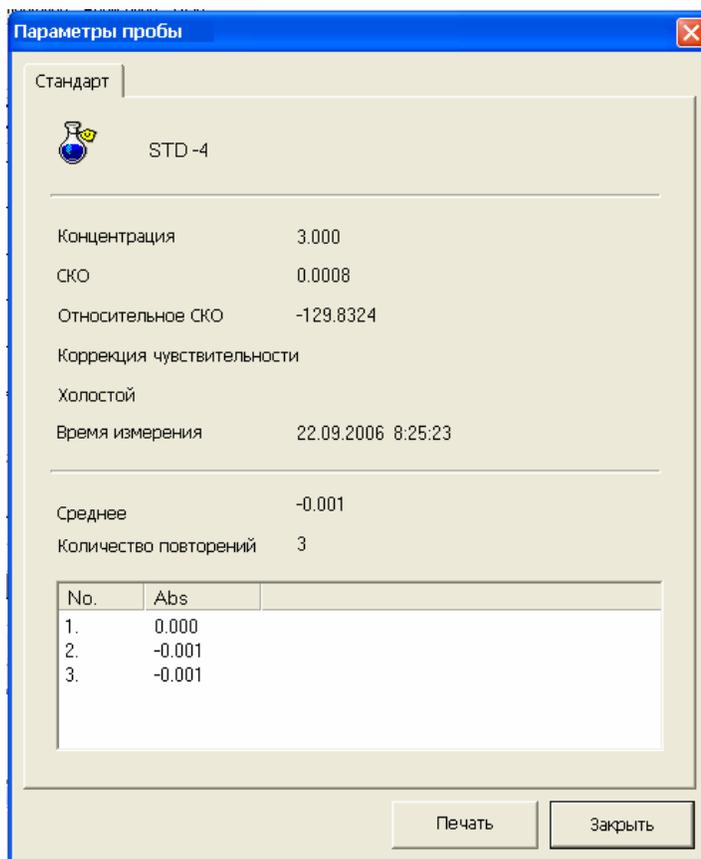


Рис. 3-46. Меню таблицы результатов измерений

В этом окне приводится подробная информация о выделенной пробе – концентрация и единицы ее измерения, стандартное отклонение, относительное стандартное отклонение, среднее значение, количество повторений, результаты для каждого из повторений. Распечатать информацию о пробе можно нажав кнопку «Печать».

3.7. Строка состояния

Строка состояния содержит информацию о методе измерения, текущей интенсивности излучения, показывает статус соединения спектрометра с компьютером (рис. 3-47).

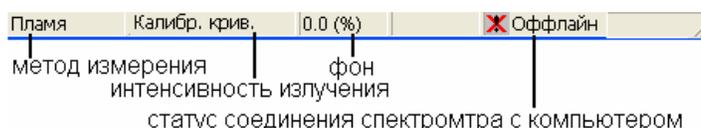


Рис. 3-47. Строка состояния основного окна программы «AAWin»

Наведите курсор на один из элементов строки состояния и дважды нажмите левую кнопку мыши. Появится соответствующее окно параметров (метода измерения, регулировки интенсивности, установления соединения).

Источник света (спектральная лампа с полым катодом) испускает характеристическое излучение, поглощаемое определенным элементом во время атомизации. Содержание анализируемого элемента определяется по значению спектрального поглощения.

ГЛАВА 4. ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ И НАСТРОЙКА СПЕКТРОМЕТРА

4.1. Подготовка к работе и настройка спектрометра

Запустите программу «AAWin», появится стартовое окно (рис. 4.1).

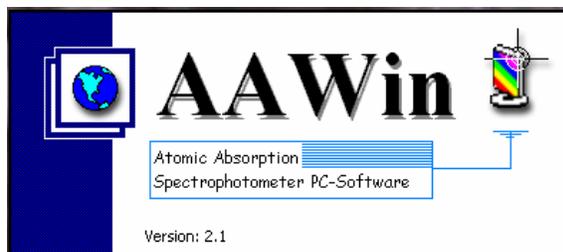


Рис. 4-1. Стартовое окно программы «AAWin»

Это окно закроется, как только вы включите спектрометр. Если этого не произошло, появится окно подсказки, предлагающее проверить правильность подключения соединительного кабеля между компьютером и спектрометром (рис. 4-2).

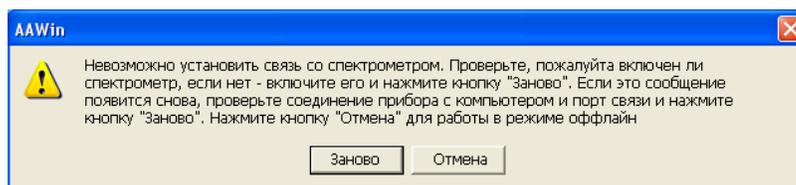


Рис. 4-2. Окно подсказки о подключении спектрометра к ПК

В этом случае проверьте правильность подключения соединительного кабеля и нажмите кнопку «Заново», окно с названием программы исчезнет, как только будет установлена связь со спектрометром. Вы можете также нажать кнопку «Отмена» и работать с программой при выключенном спектрометре.

В том случае, если связь со спектрометром была успешно установлена, появится окно выбора режима работы программы (рис. 4-3).

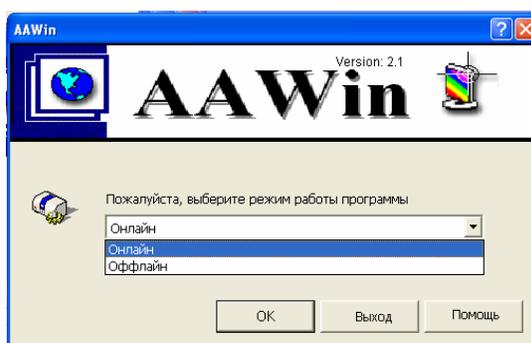


Рис. 4-3. Окно выбора режима работы программы

Выберите режим работы программы в выпадающем меню этого окна.

«Онлайн» - выберите этот пункт меню, если собираетесь проводить атомно-абсорбционный анализ, нажмите кнопку «ОК», система начнет инициализацию прибора.

«Оффлайн» - выберите этот пункт меню, если хотите вывести уже полученные результаты, нажмите кнопку «ОК», программа начнет работать в автономном режиме, при этом программа не контролирует работу спектрометра.

Нажмите кнопку «Выход», если хотите выйти из программы.

4.2. Инициализация спектрометра

Если при выборе режима работы программы был выбран режим «Онлайн», система начнет процедуру инициализации спектрометра (рис. 4-4).

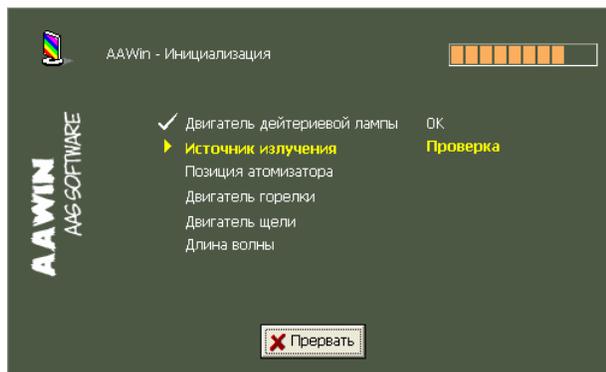


Рис. 4-4. Окно инициализации спектрометра

Инициализация спектрометра заключается в проверке основных узлов и агрегатов. В случае если система считает, что узел работает корректно, она выставляет для него начальные параметры работы. Список проверяемых узлов отображается в левой части окна инициализации спектрометра. В том случае, если узел проверен и работает корректно, рядом с его названием в окне инициализации появится значок , если нет значок . Если хоть один узел из списка не работает, программа не допустит работы спектрометра. На экране появится сообщение о том, что спектрометр не прошел проверку и предложение продолжить инициализацию (в этом случае нажмите «Да») или выйти из программы (в этом случае нажмите «Нет») (рис. 4-5).

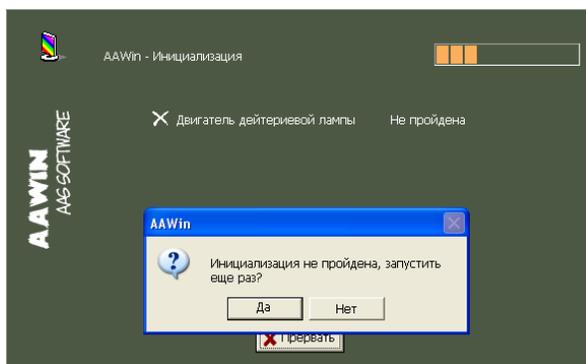


Рис. 4-5. Окно запроса продолжения инициализации спектрометра

4.3. Установка источников излучения

После того, как закончена инициализация спектрометра, появится окно помощника установки параметров источников излучения. Следуя инструкциям этого помощника, установите необходимый источник излучения и параметры анализа для этого элемента. Всего помощник состоит из 4 частей, в первой части (рис. 4-6) вы можете выбрать рабочий источник излучения и источник излучения для прогрева.

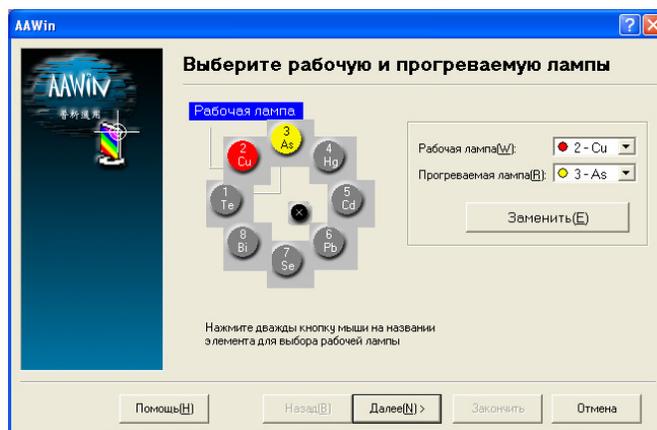


Рис. 4-6. Страница выбора источника излучения окна помощника установки параметров источника излучения

На схеме барабана спектрометра рабочий источник излучения маркируется красным цветом, прогреваемый источник излучения желтым цветом.

Выберите рабочую лампу в выпадающем меню «Рабочая лампа».

Выберите прогреваемую лампу в выпадающем меню «Прогреваемая лампа».

Если вам необходимо заменить какую-либо из ламп в барабане, наведите курсор мыши на название элемента заменяемой лампы на схеме барабана спектрометра, выберите эту лампу однократным нажатием левой кнопки мыши и нажмите кнопку «Заменить» (или наведите курсор на название элемента заменяемой лампы и дважды нажмите левую кнопку мыши). Появится окно с периодической системой элементов (рис. 4-7).

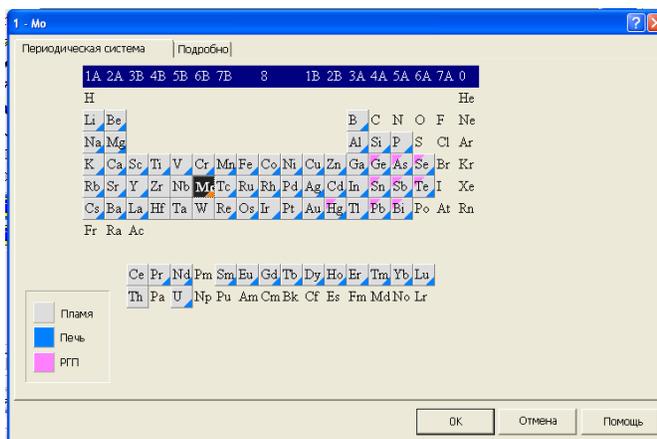


Рис. 4-7. Окно выбора источника излучения

Окно периодической системы имеет два листа – лист периодической таблицы («Периодическая система») и закладку информации об элементах («Подробнее»). В периодической системе элементов кнопки элементов имеют световую индикацию, соответствующую методу, которым можно данный элемент анализировать. Кнопки серого цвета «■» показывают элементы, анализируемые в пламени, кнопки синего цвета «■» - элементы, анализируемые в графитовой печи, кнопки розового цвета «■» - элементы, анализируемые с помощью ртутно-гидридной приставки. Некоторые элементы периодической системы вообще не имеют кнопок, например водород, это значит, что данный элемент не может быть проанализирован атомно-абсорбционным методом. Световая индикация кнопок напоминает пользователю метод анализа и помогает выбрать правильный метод в каждом конкретном случае.

Нажмите кнопку выбранного элемента и далее кнопку «ОК» или дважды нажмите

левой кнопкой мыши на кнопку выбранного элемента. Окно периодической системы закрывается, вы вернетесь к странице выбора элемента. Система позволит вам заменить источник излучения в выбранной вами позиции барабана.

Нажмите кнопку «Далее», появится следующая страница помощника (рис. 4-8).

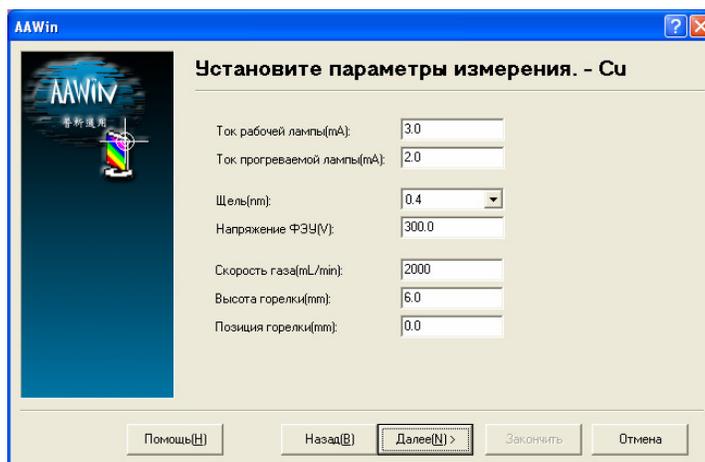


Рис. 4-8. Страница установки параметров рабочей лампы

Установите параметры рабочей лампы: ток катода рабочей лампы, ток катода прогреваемой лампы, пропускную способность, напряжение ФЭУ, скорость потока газа, высоту и позицию горелки.

Нажмите кнопку «Далее», система произведет установку выставленных параметров, появится окно с прогресс-индикатором (рис. 4-9).

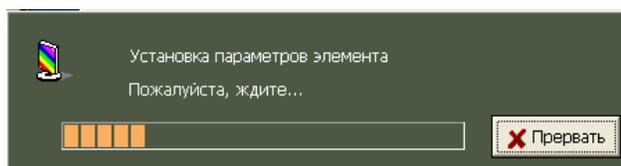


Рис. 4-9. Индикаторное окно установки параметров элемента

После того, как параметры элемента установлены, появится окно выбора длины волны (рис. 4-10).

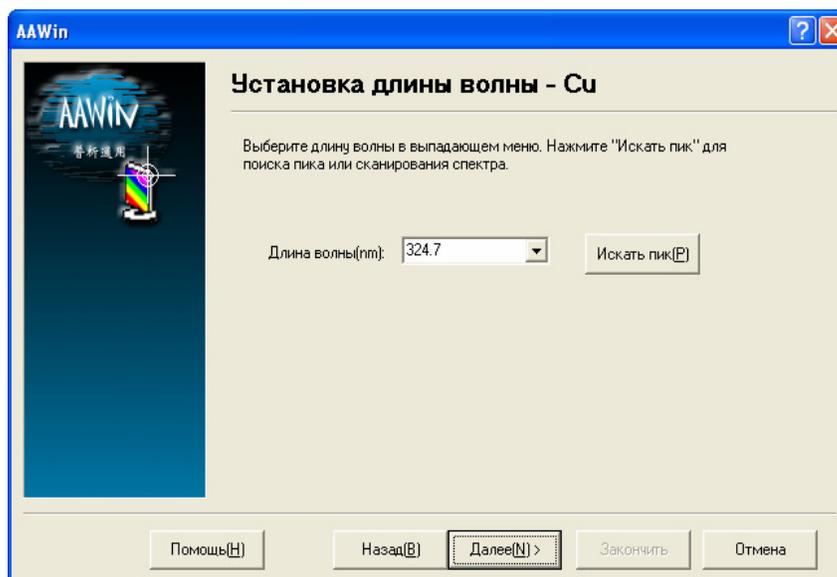


Рис. 4-10. Страница выбора рабочей длины волны

Выберите резонансную линию рабочего элемента в выпадающем меню (рис. 4-11).

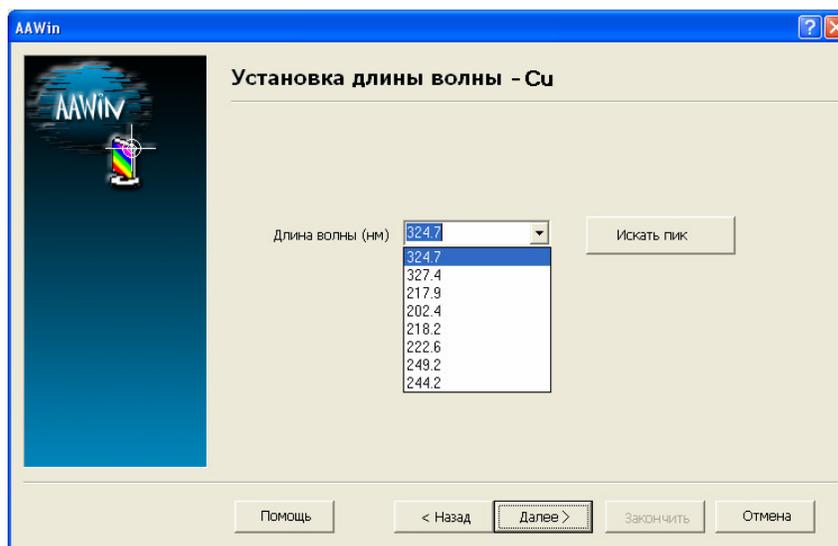


Рис. 4-11. Меню выбора резонансной длины волны

Нажмите кнопку «Искать пик», чтобы найти выбранный пик (подробная информация о поиске пиков изложена в п. 4-4 Поиск пика и сканирование спектра). Когда пик найден, установка лампы закончена (рис. 4-12).

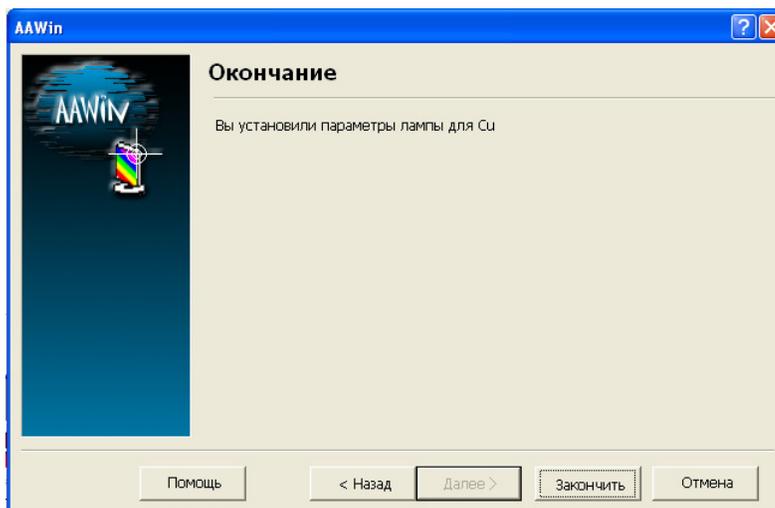


Рис. 4-12. Меню выбора резонансной длины волны

Страница завершения установки параметров элемента.

4.4. Поиск пика и сканирование спектра

После того как закончена процедура установки источника излучения и параметров для него, вы можете провести поиск пика и сканировать спектр. Выберите пункт меню «Пробы/Сканирование спектра/Поиск пика» или значок  с панели управления. Появится окно сканирования спектра и поиска пика (рис. 4-13).

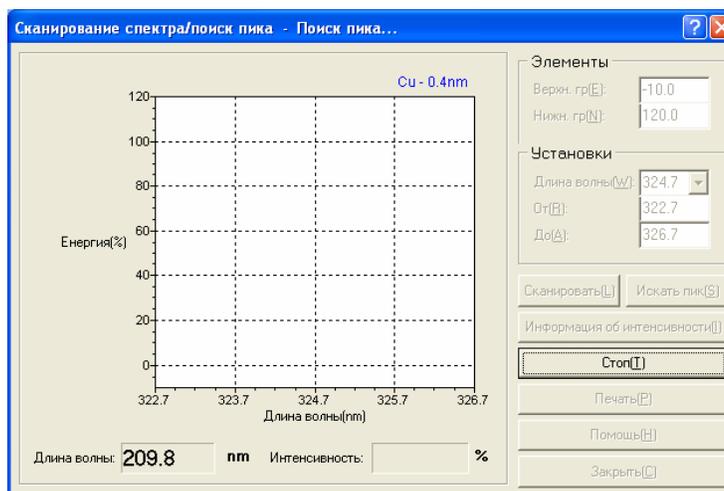


Рис. 4-13. Окно сканирования спектра и поиска пика

Нажмите кнопку «Искать пик» чтобы искать пик для выставленного значения длины волны. Вы также можете изменить длину волны в выпадающем меню «Длина волны». Результат поиска пика будет выводиться в виде графика в левой части окна. По окончании процесса в нижней части окна появится максимальное значение интенсивности, найденное в процессе поиска пика и соответствующая длина волны (рис. 4-14).

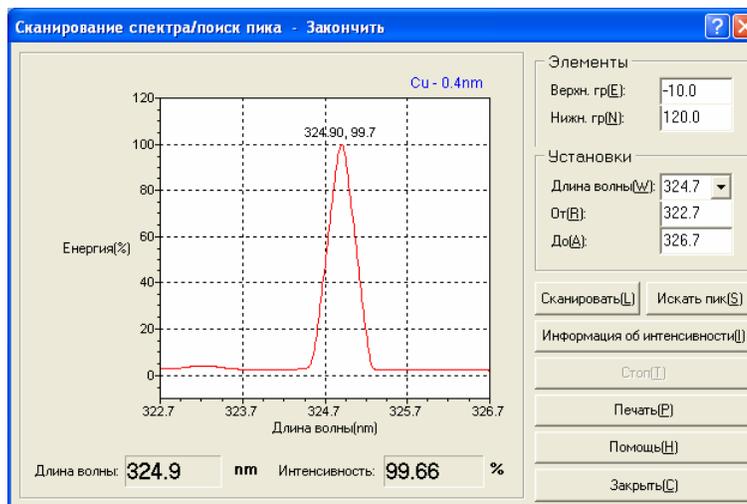


Рис. 4-14. График пика и наибольшее значение интенсивности

Иногда пользователю необходимо просканировать определенный участок спектра, чтобы получить более детальную информацию о профиле пиков. В этом случае имеет смысл выставить начальную и конечную точки сканирования спектра (поля «От» и «До» соответственно), при этом максимальное и минимальное значения должны лежать в интервале 190-900 нм. Если вы выставите значение вне этого интервала, появится сообщение об ошибке.

Установите также верхнюю и нижнюю границы интенсивности («Нижн. гр.» и «Верхн. гр.» соответственно), и нажмите кнопку «Сканировать».

По окончании процесса сканирования вы можете узнать координаты (длину волны, интенсивность) интересующей части спектра по графику в левой части окна. Наведите курсор мыши на интересующий вас участок спектра и нажмите правую кнопку мыши. В появившемся меню выберите пункт «Снять координаты» (рис. 4-15).

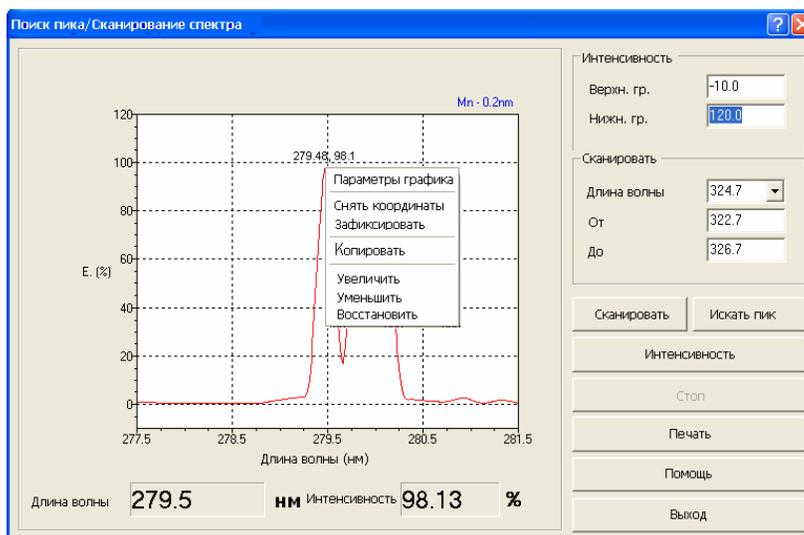


Рис. 4-15. Просмотр координат выбранной точки

Если вы хотите изменить параметры прибора в процессе поиска пика или сканирования спектра, нажмите кнопку «Стоп» и установите нужные параметры.

Замечание: нештатные параметры системы могут привести к существенным ошибкам результатов анализа, поэтому мы не рекомендуем пользоваться такой возможностью.

Текущее значение интенсивности вы можете узнать, нажав кнопку «Интенсивность» (подробная информация в п. 4.6).

4.5. Коррекция длины волны

Если в процессе поиска пика получено большое смещение длины волны относительно заданного значения (более ± 0.3 нм), можно воспользоваться функцией коррекции длины волны, чтобы откалибровать спектрометр. Чтобы воспользоваться этой функцией, выберите в меню пункт «Оптика»/«Коррекция длины волны». Появится окно коррекции длины волны (рис. 4-16).

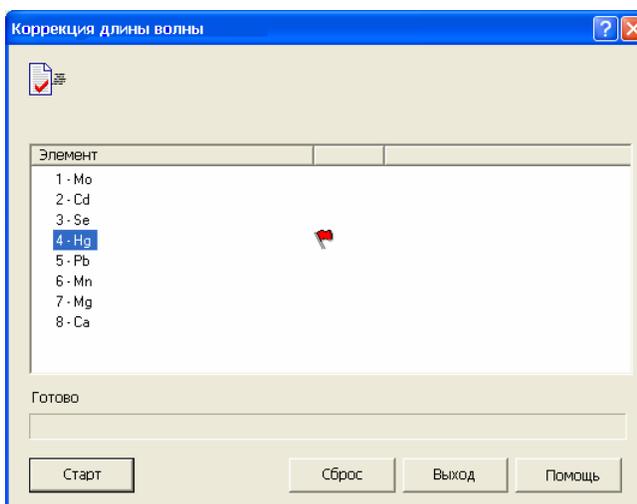


Рис. 4-16. Окно коррекции длины волны

Сначала необходимо выбрать элемент из списка установленных в барабане источников излучения. Коррекция длины волны может проводиться только по ртутной лампе, в этом списке ртутная лампа специально помечена значком «» в списке ламп. Вы можете проводить коррекцию только с помощью ламп, помеченных этим значком,

если вы выберете какую-либо другую лампу, коррекция проводиться не будет. Если в барабане не установлена лампа на ртуть, вам необходимо установить ее в соответствии с п. 4.3 настоящего РЭ.

После того как вы выбрали лампу для проведения коррекции длины волны, нажмите кнопку «Старт». Начнется процесс коррекции длины волны, в нижней части окна коррекции появится прогресс-индикатор, система оценит время до окончания процесса коррекции длины волны (рис. 4-17). Прервать процесс можно кнопкой «Стоп».

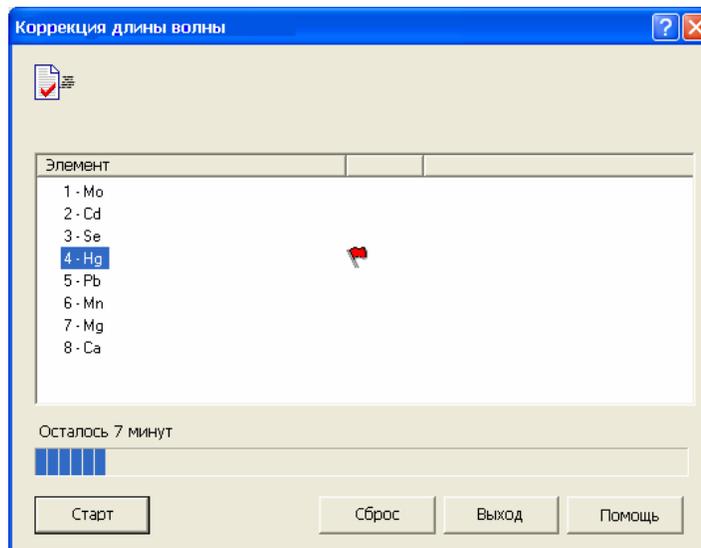


Рис. 4-17. Окно коррекции длины волны во время процедуры коррекции

Появление в процессе коррекции сообщения об ошибке «Ошибка установки длины волны слишком велика, невозможно продолжить коррекцию» означает, что ошибка длины волны слишком велика и находится вне интервала, когда может быть скорректирована, прибор находится в нештатном режиме. В этом случае сначала проверьте положение головки горелки, возможно, она перекрывает излучение от источника. Если это произошло, установите головку горелки таким образом, чтобы свет источника излучения свободно проходил оптическую систему. Нажмите кнопку «Сброс», чтобы восстановить начальные параметры для коррекции длины волны и повторите процесс. Если сообщение об ошибке появилось вновь, необходимо отрегулировать оптическую систему прибора – обратитесь в ближайшее представительство нашей компании для проведения ремонта.

Следует избегать частого проведения процедуры коррекции длины волны. Коррекции действительно необходима в следующих случаях:

- прибор только что установлен;
- прибор переставлен в новое место;
- сильно изменились внешние условия в помещении, где стоит прибор.

4.6. Регулировка интенсивности

Для проверки интенсивности или ее регулировки выберите пункт меню «Настройки»/«Интенсивность» или нажмите на панели управления кнопку  Интенс. на панели управления. Появится окно интенсивности (рис. 11-18).

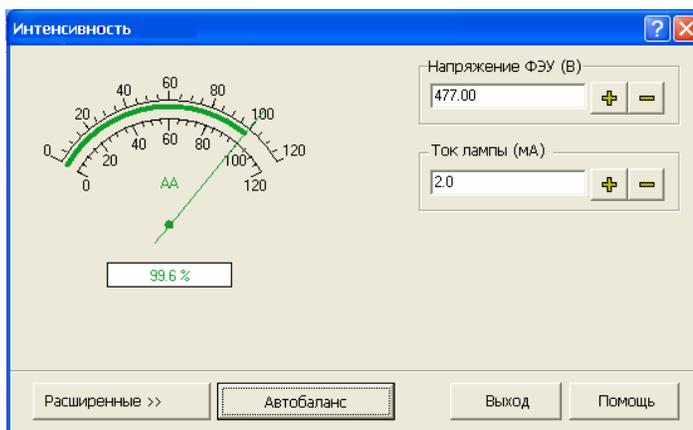


Рис. 4-18. Окно регулировки интенсивности

Индикатор зеленого цвета показывает текущее значение интенсивности источника излучения. Нормальным считается значение интенсивности источника излучения около 100%.

Пользователь может изменять напряжение ФЭУ в пределах 0-1000В, выставив вручную нужное значение напряжения, или воспользоваться кнопками «+» и «-» рядом с полем «Напряжение ФЭУ (В)». Однократное нажатие кнопки вызывает изменение напряжения на 0.25В. Можно также изменять значение тока катода источника излучения вручную или с помощью кнопок «+» и «-» рядом с полем «Ток лампы». Изменять ток катода можно в пределах 0-20мА, однократное нажатие кнопки вызывает изменение тока на 0.1 мА.

В том случае, если включена коррекция фона, в окне коррекции интенсивности появляется также индикатор красного цвета, показывающий интенсивность коррекции (рис. 4-19, рис. 4-20).

В случае дейтериевой коррекции появляется поле «Ток дейтериевой лампы», в котором можно изменить ток дейтериевой лампы вручную или кнопками «+» и «-» (рис. 4-19).

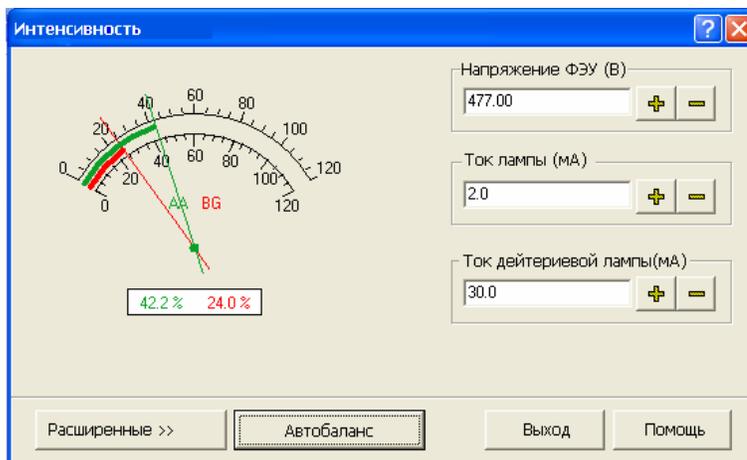


Рис. 4-19. Окно регулировки интенсивности при включенной дейтериевой коррекции

В том случае, если методом коррекции фона выбран метод Смита-Хифти, появляется поле «Ток широкого импульса» и «Ток узкого импульса», в которых вручную или с помощью кнопок «+» и «-» можно изменить ток короткого и длинного импульсов (рис. 4-20).

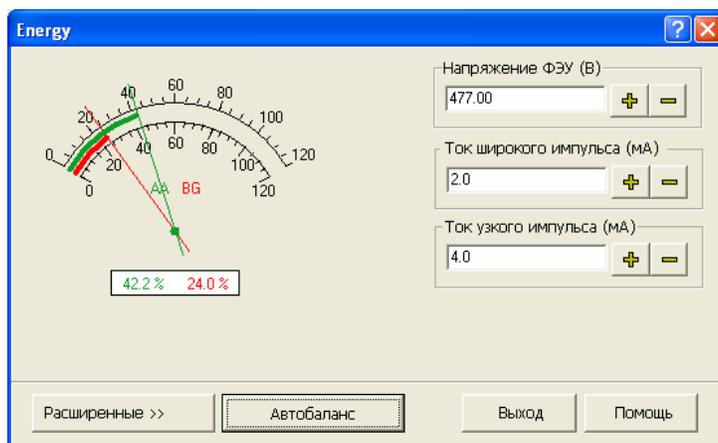


Рис. 4-20. Окно регулировки интенсивности при включенной коррекции Смита-Хифти.

Если выбран какой-либо метод коррекции фона, баланс интенсивности считается хорошим, если интенсивность рабочей лампы и корректирующего источника излучения приблизительно равны и близки к 100%.

Если вам не удастся вручную выставить хороший баланс интенсивности, нажмите кнопку «Автобаланс» и система произведет настройку автоматически.

Вы можете также изменять другие параметры, влияющие на интенсивность. Нажмите кнопку «Расширенные», в нижней части окна регулировки интенсивности появится дополнительная секция, позволяющая регулировать интенсивность косвенным образом (рис. 4-21).

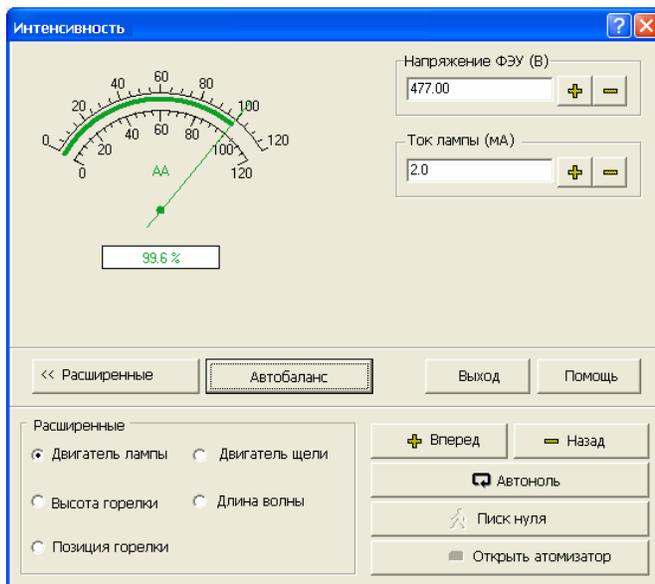


Рис. 4-21. Окно интенсивности с открытой секцией расширенных регулировок

Замечание: использование расширенных регулировок стоит ограничить при обычной работе прибора, частое их использование может привести к разбалансировке настроек спектрометра. Если нет особой надобности, мы рекомендуем избегать пользования этими настройками.

Чтобы скрыть секцию расширенных регулировок, нажмите снова на кнопку «Расширенные».

Источник света (спектральная лампа с полым катодом) испускает

характеристическое излучение, поглощаемое определенным элементом во время атомизации. Содержание анализируемого элемента определяется по значению спектрального поглощения.

4.7. Установка метода коррекции фона

В процессе атомно-абсорбционного анализа иногда возникают ситуации, когда необходимо пользоваться коррекцией фона. Например, матрица образца слишком сложна и дает слишком сильную абсорбцию. Спектрометры серии А-2 предоставляют возможность выбрать метод коррекции фона – дейтериевая лампа или SR-лампа. Чтобы выбрать метод коррекции фона, войдите в меню «Настройки»/«Коррекция фона». Откроется окно выбора метода коррекции фона (рис. 4-22).

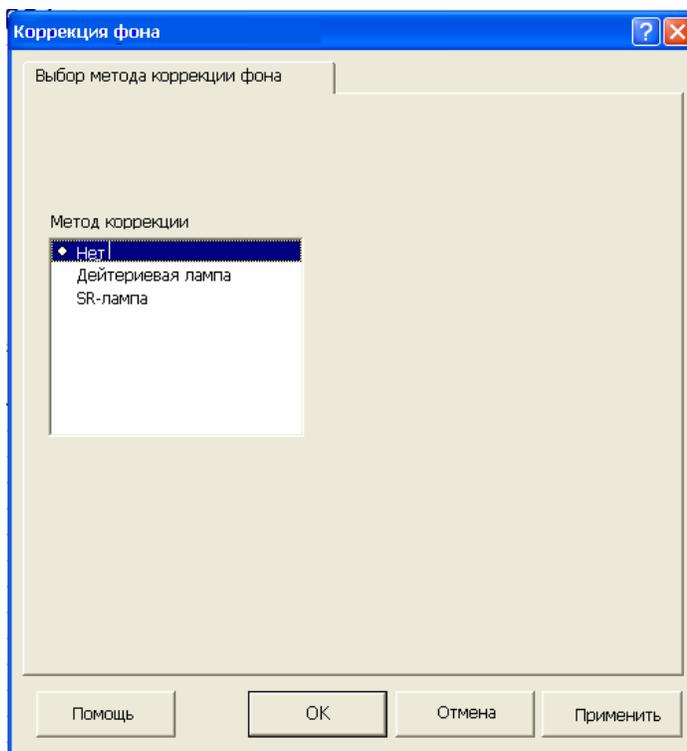


Рис. 4-22. Окно выбора метода коррекции фона

Выберите способ коррекции фона из списка и нажмите «ОК», система выставит выбранный метод коррекции в качестве текущего. При этом, если выбран метод коррекции с помощью дейтериевой лампы, в правой части окна выбора метода появится поле «Ток дейтериевой лампы», где можно выставить значение тока дейтериевой лампы (рис. 4-23). Если в качестве метода коррекции использована SR-лампа, в правой части окна выбора метода коррекции появится два поля, позволяющие ввести значения токов широкого и узкого импульсов SR-лампы (рис. 4-24).

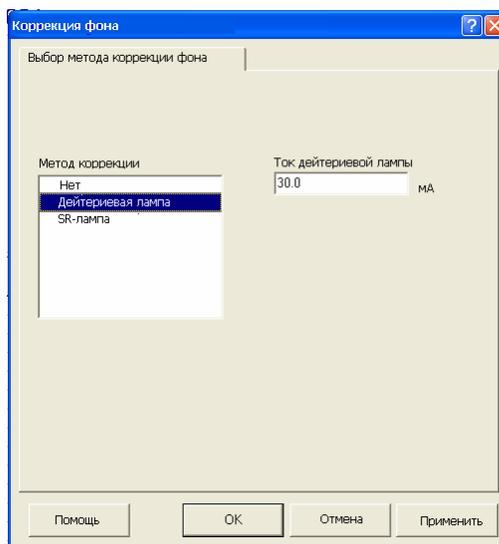


Рис. 4-23. Окно выбора метода коррекции фона

Ток дейтериевой лампы должен лежать в пределах 0-120 мА. Если введенное значение не попадает в этот интервал, система выдаст сообщение об ошибке.

Замечание: если выбран метод коррекции фона с помощью дейтериевой лампы, старайтесь, чтобы она не работала в режиме максимального тока (120 мА) в течение длительного времени. Если лампа не будет использоваться в течение долгого периода, погасите ее как можно скорее – это существенно продлит жизнь лампе.

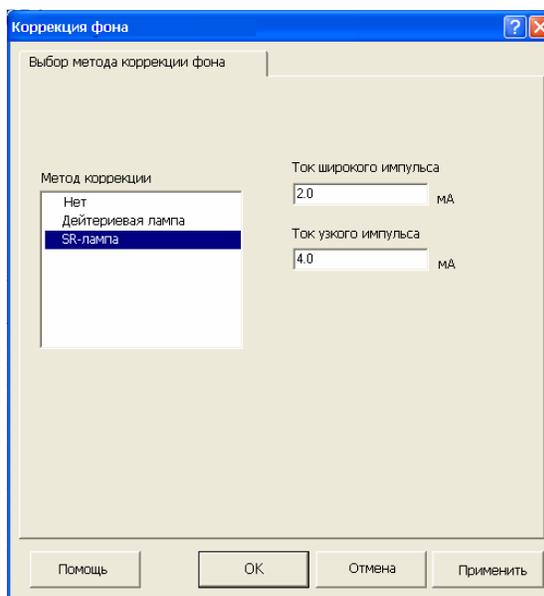


Рис. 4-24. Окно выбора метода коррекции фона, выбрана SR-лампа

Ток широкого импульса SR-лампы должен лежать в интервале 0-20 мА, ток узкого импульса в интервале 0-10 мА. Если введенные значения не попадают в эти интервалы, система выдаст сообщение об ошибке.

4.8. Установка метода измерения

Зайдите в меню «Настройки»/«Метод измерения». Появится окно выбора метода измерения (рис. 4-25).

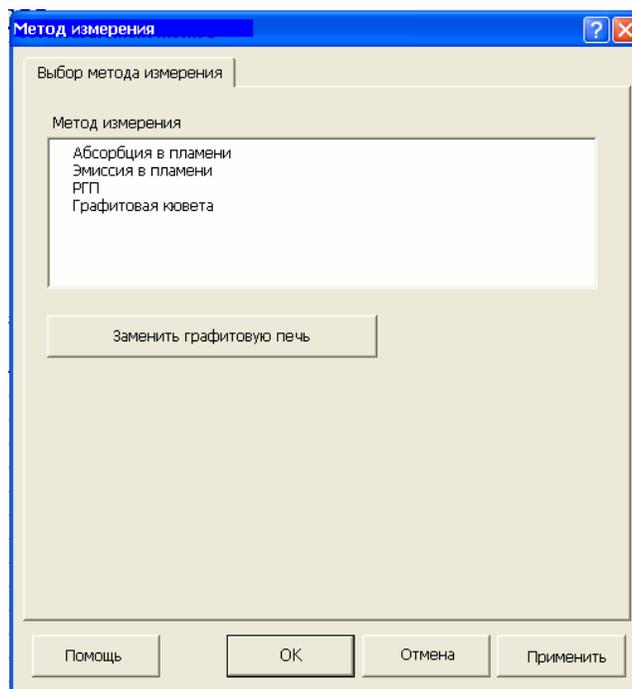


Рис. 4-25. Окно выбора метода анализа

Выберите метод анализа и нажмите «ОК», система автоматически установит нужный типа атомизатора.

Если выбран анализ в графитовой печи, возможно, будет необходимо поменять графитовую кювету. Нажмите на кнопку «Заменить графитовую печь». Система уберет давление аргона в подпоре ближнего к пользователю электрода атомизатора и выдаст сообщение о том, что можно произвести смену графитовой кюветы (рис. 4-26).

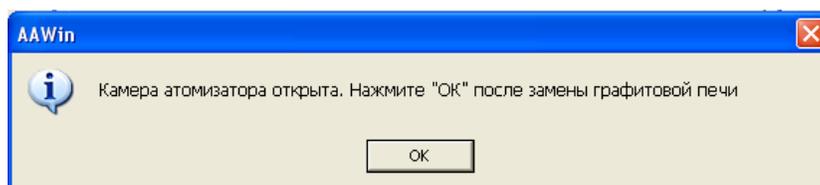


Рис. 4-26. Окно выбора метода анализа

Отодвиньте подпор электрода влево, нажмите на край электрода, камера атомизатора откроется. С помощью пинцета произведите замену графитовой кюветы. Поднимите край электрода так, чтобы камера атомизатора закрылась, сместите подпор электрода вправо до упора и нажмите кнопку «ОК» окна с сообщением о возможности смены графитовой кюветы (рис. 4-26).

Внимание: перед тем как переходить в режим работы с графитовой печью, удалите защитную заслонку между горелкой и графитовой печью.

4.8. Установка параметров атомизатора

4.8.1. Установка параметров горелки

Параметры горелки необходимо устанавливать, если используются следующие методы анализа: атомная абсорбция в пламени, эмиссия в пламени, использование ртутно-гидридной приставки.

Войдите в меню «Настройки»/«Параметры горелки», появится окно установки параметров горелки (рис 4-27).

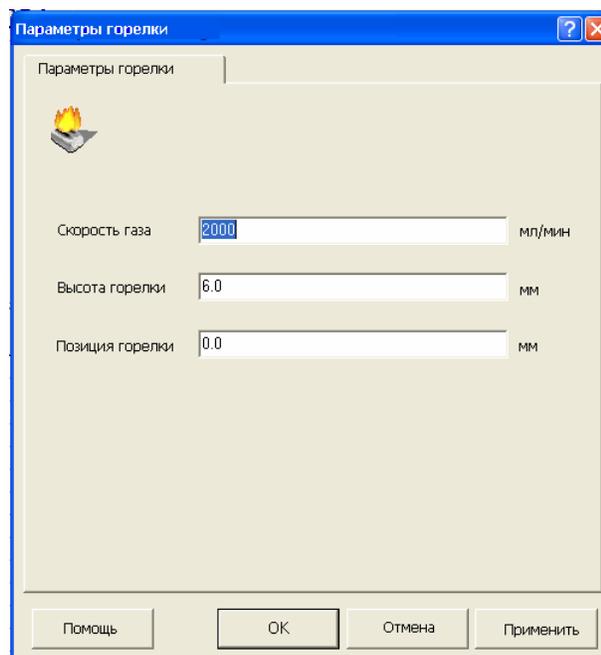


Рис. 4-27. Окно установки параметров горелки.

Скорость подачи горючей смеси: введите значение скорости подачи горючей смеси (мл/мин). Значение должно лежать в интервале 1000-3000 мл/мин. Система позволяет изменять этот параметр при работающей горелке, то есть пользователь может наблюдать вводимые изменения в режиме реального времени.

Высота горелки: значение должно лежать в интервале 0-20 мм (0 мм – самое высокое положение горелки, 20 мм – самое низкое положение горелки).

Позиция горелки: смещение горелки в направлении, перпендикулярном оптической оси, значение лежит в интервале -5 мм ~ +5 мм (-5 мм – наиболее удаленная от пользователя позиция, +5 мм – наиболее близкая к пользователю позиция горелки).

Высоту и позицию горелки удобно выставлять, используя визуализатор. Установите визуализатор в цель горелки (приблизительно посередине по ширине). Установите высоту и позицию горелки таким образом, чтобы пятно от источника излучения попало в отверстие визуализатора.

После установки параметров нажмите «ОК» или «Применить», чтобы система установила измененные параметры. Если хоть одно из введенных значений лежит вне специфицированного интервала, появится сообщение об ошибке.

4.8.2. Установка параметров электротермической печи

До того как начать измерение с помощью графитовой кюветы, необходимо задать программу нагревания печи. Воспользуйтесь меню «Настройки»/«Программа нагревания», появится окно программы нагревания (рис. 4-28).

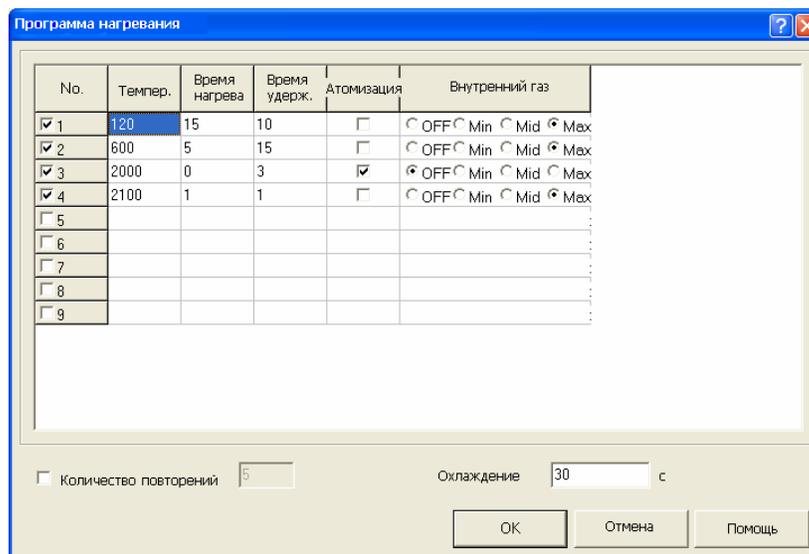


Рис. 4-28. Окно установки параметров горелки.

Программа нагревания печи может включать в себя до 9 стадий с различными температурными режимами для каждой из них. Установите галочки в столбце номер стадии для каждой программируемой стадии.

«**Темпер.**» - в этот столбец устанавливается значение конечной температуры стадии, значение должно лежать в интервале 20-2700⁰С.

«**Время нагрева**» - длительность стадии, значение должно лежать в интервале 0-255 с.

«**Время удерж.**» - длительность удержания конечной температуры, значение должно лежать в интервале 0-255 с.

«**Атомизация**» - флажок ставится для стадии, в которой будет производиться запись результатов.

«**Внутренний газ**» - скорость внутреннего газа, может принимать значения «off», «min», «mid» и «high» (нет, маленькая, средняя, высокая). «Off» используется в основном во время атомизации, когда внутренний газ выключается, «min» - 150 мл/мин, «mid» - 300 мл/мин, «high» - 450 мл/мин.

Внимание: когда температура стадии лежит в диапазоне 2000-2500⁰С время в столбцах «Время нагрева» и «Время удерж.» не должно превышать 25 секунд, при температуре стадии 2500-2700 – 15 секунд, если длительность будет больше, система выдаст сообщение об ошибке. Программа нагревания графитовой кюветы должна быть продуманной и согласованной, не допускаются пустые стадии, программа должна начинаться с первой стадии.

Время охлаждения печи можно изменить в поле «Охлаждение», значение должно лежать в диапазоне 20-99 с.

При необходимости можно выставить количество повторений программы, соответствующее поле станет активным при установленном флажке «Количество повторений».

После того как программа задана, нажмите кнопку «ОК», программа будет запомнена системой, и окно установки программы закроется.

При анализе в режиме использования графитовой печи иногда возникает проблема – пучок света не проходит через центр печи. В этом случае необходимо использовать функцию установки позиции атомизатора. Воспользуйтесь меню «Настройки»/«Позиция атомизатора», появится окно установки позиции атомизатора (рис. 4-29).

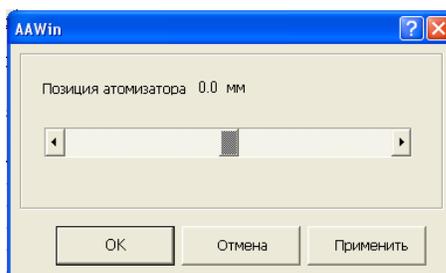


Рис. 4-30. Окно установки позиции атомизатора

Наведите курсор мыши на полосу прокрутки, нажмите левую кнопку мыши и установите бегунок в нужную позицию. Нажмите «ОК» или «Применить» для активации произведенных изменений. Бегунок задает позицию атомизатора в направлении, перпендикулярном оптической оси. Значение лежит в интервале $-5 \text{ мм} \sim +5 \text{ мм}$ (-5 мм – наиболее удаленная от пользователя позиция, $+5 \text{ мм}$ – наиболее близкая к пользователю позиция атомизатора).

4.8.3. Установка автосэмплера

Если спектрометр снабжен автосэмплером, то требуется его настройка. Для автосэмплера существует два типа настройки – настройка для работы в пламенном режиме и настройка для работы в электротермическом режиме. При работе в пламенном режиме настройку следует провести согласно главе 4.8.3.1, для электротермического режима настройку следует проводить согласно главе 4.8.3.2.

4.8.3.1. Работа с автосэмплером в пламенном режиме

«**Время промывки**» -устанавливается время промывки перед каждым образцом.

«**Интервал повторений**» -устанавливается число повторений каждого опыта.

«**Время распыления**» - устанавливается время задержки перед записью сигнала атомной абсорбции. Поскольку для более длинных капилляров требуется большее время по доставке образца до распылителя, рекомендуется немного увеличить время распыления для более эффективной записи сигнала.

4.8.3.2 Работа с автосэмплером в электротермическом режиме

«**Время промывки**» -устанавливается время промывки перед каждым образцом.

«**Интервал повторений**» -устанавливается число повторений каждого опыта.

«**Объем дозирования**» -устанавливается дозируемый объем.

Более детально процедура настройки автосэмплера для работы в электротермическом режиме описана в Руководстве по Эксплуатации автосэмплера.

ГЛАВА 5. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Установка параметров измерений

Для проведения измерений требуется выставить параметры измерения.

Воспользуйтесь меню «Настройки»/«Параметры измерения» или нажмите кнопку « Парам. » на панели управления. Появится окно установки параметров измерения (рис. 5-1).

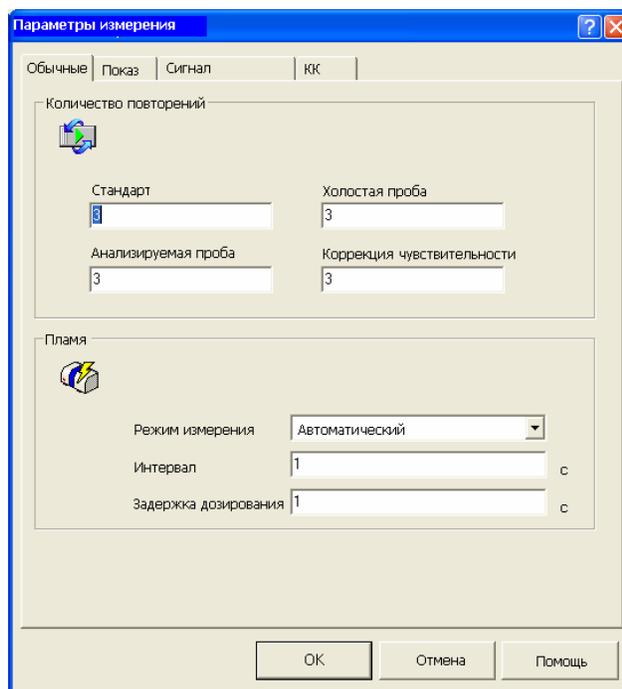


Рис. 5-1. Окно установки параметров измерения

Это окно содержит несколько листов. Первый лист «Обычные» состоит из двух секций, в верхней секции введите количество измерений для различных объектов:

«**Стандарт**» - стандарта,

«**Холостая проба**» - холостого раствора,

«**Анализируемая проба**» - анализируемого объекта,

«**Коррекция чувствительность**» - образца коррекции чувствительности.

Количество повторений для каждого из этих объектов варьируется в пределах 1-20.

Если текущим методом измерения является анализ в пламени, в нижней секции вы можете выбрать проведение анализа в ручном или автоматическом режиме в выпадающем меню «**Режим измерения**». В ручном режиме поля «Интервал» и «Задержка дозирования» становятся неактивными. В автоматическом режиме измерения эти поля активны и их необходимо заполнить.

«**Интервал**» - время набора каждого образца, значение должно быть в интервале 1-99 секунд.

«**Задержка дозирования**» - время задержки между окончанием набора пробы и началом распыления пробы, значение должно быть в интервале 1-99 секунд.

Если текущим методом измерения является анализ в графитовой кювете, нижняя секция не появляется.

Следующий лист «Показ» окна установки параметров измерения содержит параметры демонстрации графика процесса измерения (рис. 5-2).

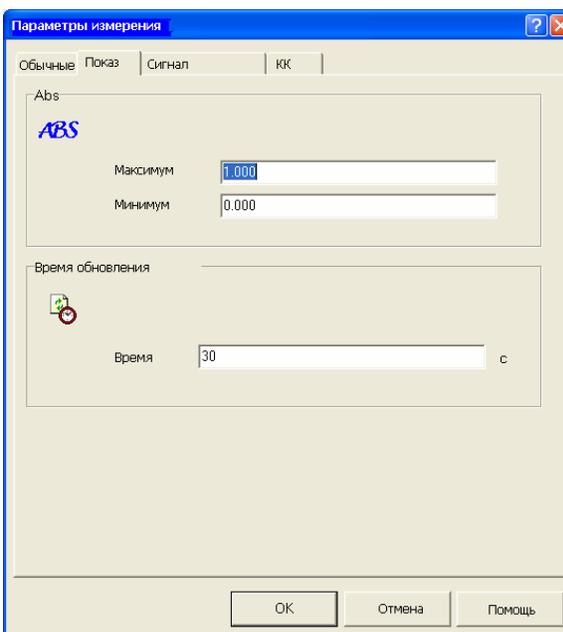


Рис. 5-2. Лист параметров демонстрации графика аналитического сигнала

Выставьте верхнюю и нижнюю границы абсорбции в верхней секции этого листа. Если в качестве текущего метода анализа выбрана эмиссия в пламени, в этом листе выставляется показываемый интервал интенсивности (рис. 5-3).

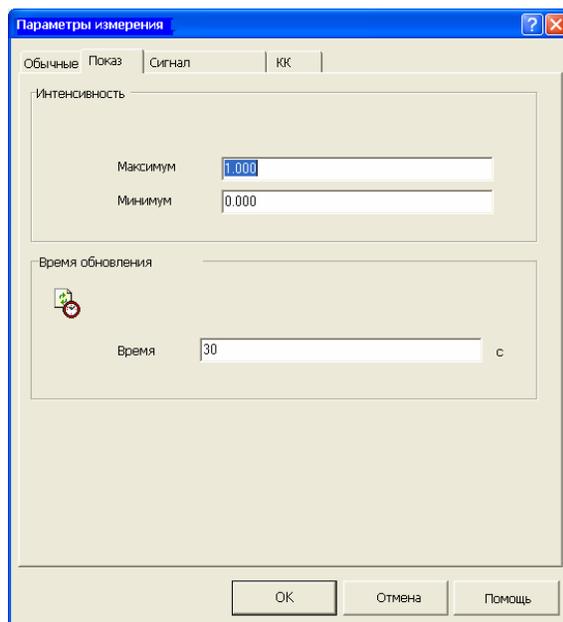


Рис. 5-3. Вид листа «Показ» при анализе методом эмиссии в пламени

Нижняя секция листа «Показ» содержит поле длительности периода, в течение которого непрерывно показывается график при анализе в пламени (длина горизонтальной оси графика). Например, если это время равно 10 секундам, то текущие показания при анализе будут меняться каждые 10 секунд. Если вы хотите видеть весь профиль измерения, необходимо выставить соответствующее число в это поле. Необходимо отметить, что график стирается при переходе к следующему измерению. Поле активно только в режиме анализа в пламени, при использовании для анализа графитовой печи это поле показываться не будет.

Следующий лист «Сигнал» (рис. 5-4).

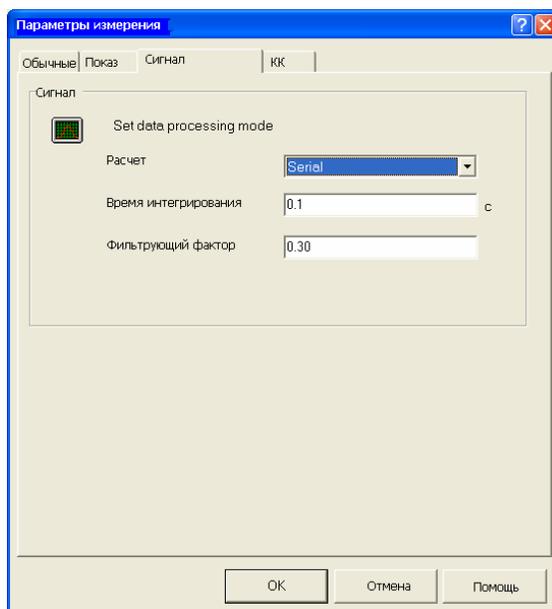


Рис. 5-4. Лист «Сигнал» параметров обработки аналитического сигнала

Выберите способ обработки сигнала в выпадающем меню «Расчет»: непрерывный, высота пика, площадь пика. В случае, если в качестве текущего метода анализа выбрана графитовая печь, выбор обработки сигнала осуществляется из двух вариантов – высоты пика и его площади.

Введите время интегрирования в поле «Время интегрирования», вводимое значение должно лежать в интервале 0.1-100 с. При анализе в графитовой кювете поле «Время интегрирования» будет неактивным. В этом случае система автоматически начнет интегрировать сигнал за 3 секунды до окончания последнего пиролиза и все время атомизации.

«Фильтрующий фактор» – константа, сглаживающий фактор. Введите значение от 0.01 до 10. Для графитовой кюветы выставляется значение 0.1.

Лист «КК» контроля качества (рис. 5-5).

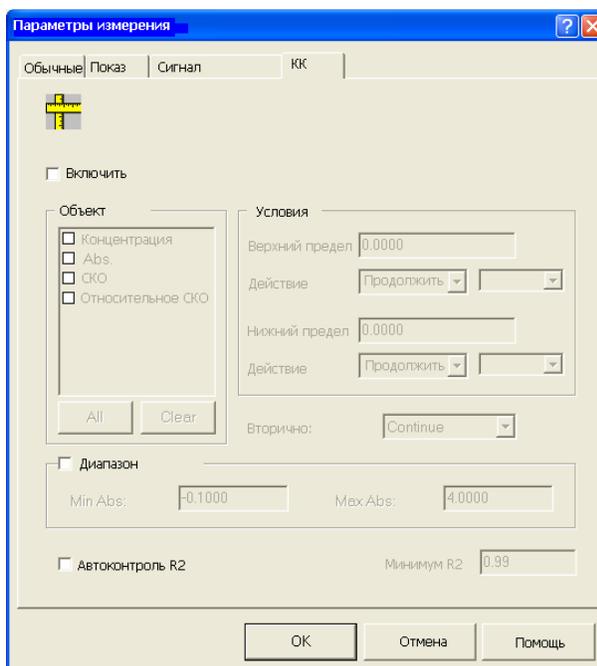


Рис. 5-5. Лист «QC» контроля качества

Этот лист необходимо заполнить, если спектрометр укомплектован автосэмплером. При выбранной опции «**Включить**» выберите из списка в левой части секции параметр, по которому будет производиться контроль качества: концентрация, абсорбция, стандартное отклонение, Введите параметры сценария:

«**Верхний предел**» - верхняя граница параметра;

«**Действие**» - действие при достижении этой границы (продолжить, остановиться, провести измерение заново);

«**Нижний предел**» - нижняя граница параметра;

«**Действие**» - действие при достижении этой границы (продолжить, остановиться, провести измерение заново).

В меню «Вторично» введите действия при повторном появлении величины параметра вне указанного интервала (продолжить или остановить измерение).

Также доступны опции «**Диапазон**» - интервала действия системы и «**Автосэмплер R2**» автоматического расчета.

5.2. Установка проб

Перед началом измерений необходимо установить образцы для анализа.

Воспользуйтесь меню «Пробы»/«Пробы» или нажмите кнопку «**Sample.**» на панели управления, появится первая страница помощника установки проб (рис. 5-6).

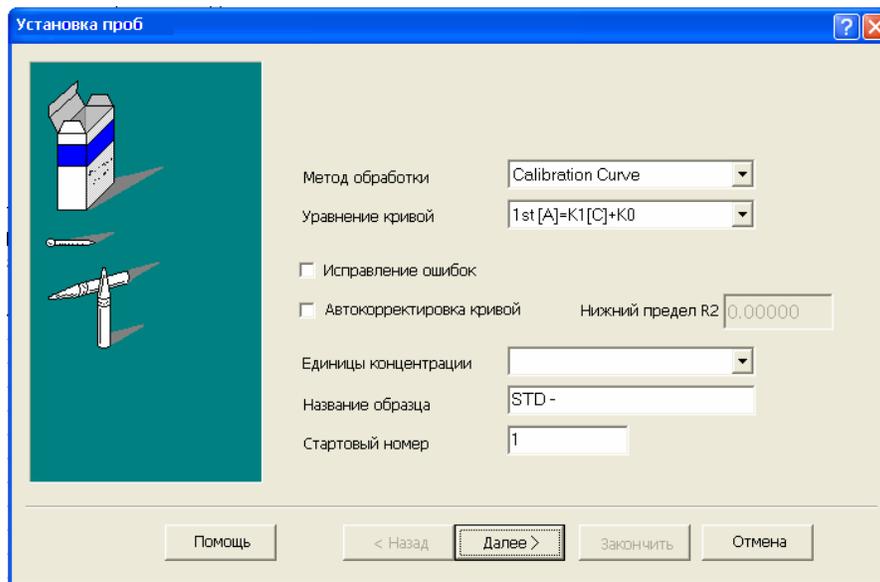


Рис. 5-6. Помощник установки проб

Заполните поля этой страницы.

«**Метод обработки**» - выберите метод обработки результатов измерения стандартных образцов: калибровочная кривая, метод стандартных добавок, интерполяционный метод.

«**Уравнение кривой**» - выберите уравнение регрессии в выпадающем меню: два линейных, квадратное и кубическое уравнение.

«**Единицы концентрации**» - выберите единицы измерения в выпадающем меню: нг/мкл, нг/мл, мг/мл, мг/л, ppb, ppm, моль/л и др. Если в предлагаемом списке нет нужной единицы измерения концентрации, пользователь может ввести ее вручную.

«**Название образца**» и «**Стартовый номер**» вместе определяют имя пробы. Например, проба S1 имеет «Название образца» S и «Стартовый номер» 1.

«**Исправление ошибок**» - эта функция уменьшает ошибку измерения, если ваши результаты имеют большой разброс, попробуйте использовать эту опцию.

«**Автоматическая коррекция кривой**» - функция отслеживает соблюдение выбранной

калибровочной зависимости. Как только значение коэффициента корреляции становится слишком мало, система автоматически заменяет линейное уравнение нелинейным. Функция действует, только если в качестве базового выбрано линейное уравнение.

После того как вы выставили все параметры на этой странице помощника, нажмите кнопку «Далее», появится страница выбора стандартных концентраций (рис. 5-7).

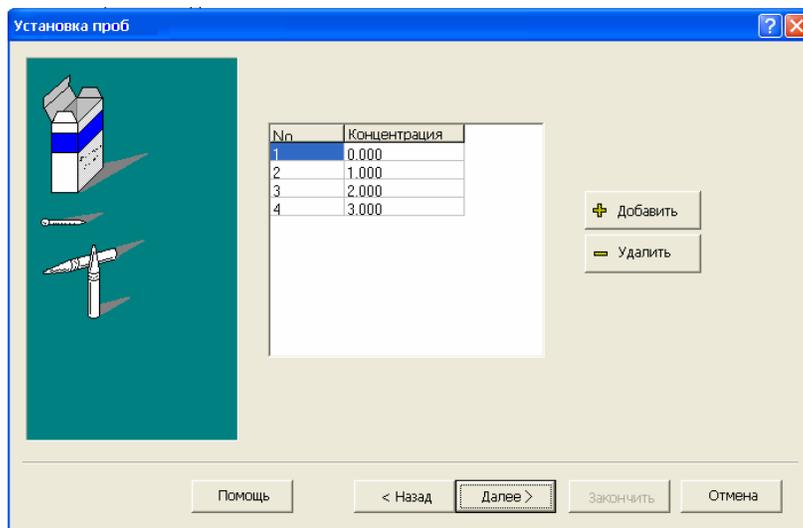


Рис. 5-7. Страница выбора стандартных концентраций

Пользователю необходимо заполнить лист стандартных концентраций, используемых при анализе. Кнопка « Добавить» увеличивает количество стандартных концентраций в списке, кнопка « Удалить» уменьшает их количество. Список может состоять максимум из 8 позиций, минимум из одной.

После заполнения страницы стандартных концентраций нажмите кнопку «Далее», появится следующая страница помощника – страница параметров автоматических операций (рис. 5-8).

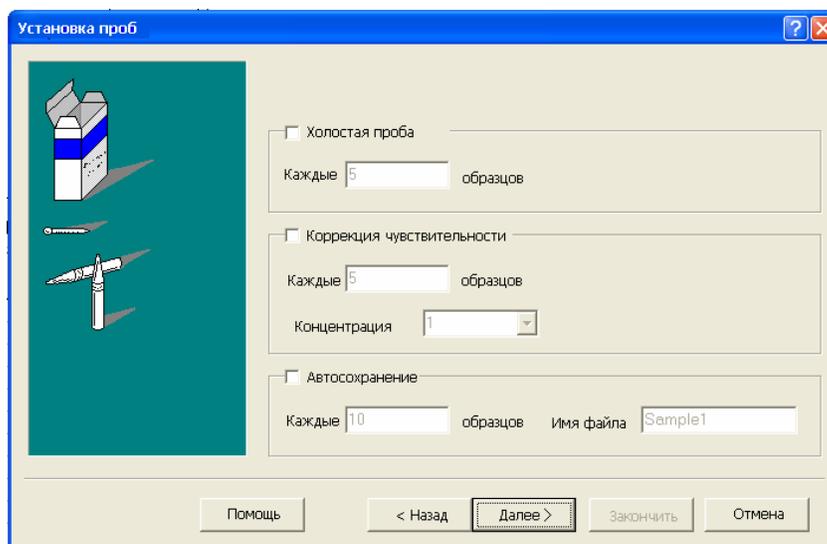


Рис. 5-8. Страница параметров автоматических операций

«Холостая проба» - частота измерения холостой пробы.

«**Коррекция чувствительности**» – иногда, по разным причинам, в спектрометре возникают ошибки, носящие название «дрейф». Коррекция чувствительности позволяет уменьшить ошибки, с этим связанные. Для этого необходимо провести измерение стандартного образца и система в соответствии с результатом этого анализа сделает поправку. Если вы выбрали эту опцию, введите частоту, с которой будет производиться эта операция и концентрацию стандартного образца.

«**Автосохранение**» – частота автосохранения, чтобы при случайных проблемах с компьютером не потерять все результаты анализа.

Нажмите кнопку «Далее», появится последняя страница помощника – страница установки параметров для анализируемых проб (рис. 5-9).

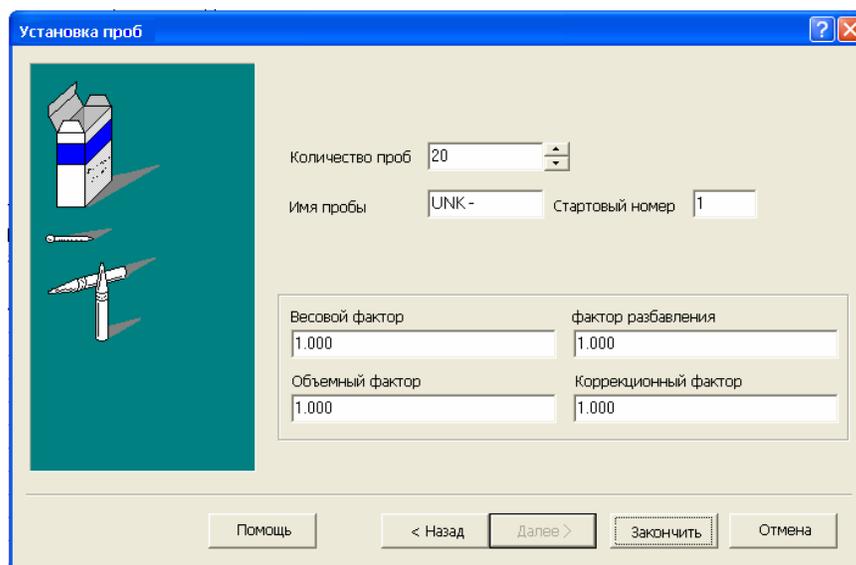


Рис. 5-9. Страница установки параметров для анализируемых проб

«**Количество проб**» - количество анализируемых проб.

«**Имя пробы**» и «**Стартовый номер**» - задают имя анализируемой пробы.

В таблице результатов есть столбец «Реальная концентрация». Она рассчитывается по следующей формуле:

$$\text{Real Conc.} = \frac{\text{Conc} * \text{Volume Factor} * \text{Dilution Ratio} * \text{Correction Factor} * \text{Sensitivity Correction Factor}}{\text{Weight Factor}}$$

Conc – измеренная концентрация

VolumeFactor – объемный множитель

DilutionRatio – степень разбавления

CorrectionFactor – коррекционный множитель

SensitivityCorrectionFactor – множитель чувствительности

WeightFactor – весовой множитель

Можно вводить множители для каждого образца, по умолчанию все множители принимают значение единица. То есть, если пользователем не введены никакие множители, то реальная концентрация будет равна измеренной концентрации.

Переключаться между страницами помощника можно, используя кнопки «Назад» и «Далее». Когда введены все параметры, следует нажать кнопку «Закончить», система запомнит их и будет использовать для расчета результатов анализа.

После того, как введены все параметры окна установки параметров измерения, нажмите кнопку «ОК», система запомнит введенные параметры.

5.3. Измерения в пламенном режиме

Внимание! Перед началом измерений убедитесь в том, что защитная заслонка электротермического атомизатора установлена.

При выполнении исследований в пламенном режиме прежде всего следует проверить газовые линии на предмет отсутствия утечек. Затем следует выполнить поджиг пламени. Для этого следует нажать кнопку «Поджиг», расположенную на Панели Управления.

Войдите в меню «Измерения»/«Пуск» или нажмите клавишу F5, или кнопку «Измер.» на панели управления. В правом верхнем углу появится окно измерения (рис. 5-10).

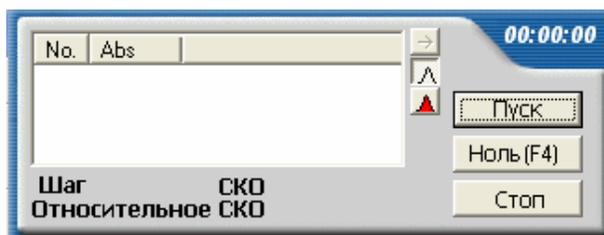


Рис. 5-10. Окно измерения

Введите пробу, в пламенном варианте работы нажмите кнопку «Ноль», нажмите кнопку «Пуск», процесс измерения начался. В соответствии с выбранными параметрами система будет по порядку анализировать растворы, указанные в таблице измерения. В режиме реального времени будет отображаться профиль аналитического сигнала для каждого измерения. По мере выполнения измерений для стандартных растворов на экране в секции отображения графиков будет построена градуировочная кривая. Постепенно будет заполняться таблица результатов анализа (рис. 5-11).

В том случае, если Вы выполняете измерения в ручном режиме, для того, чтобы начать новый опыт потребуется нажать кнопку «Измер.» после каждого измерения. В том случае, если Вы используете автосэмплер, измерения будут проводиться в автоматическом режиме в соответствии с установленным значением «Интервал». По мере выполнения измерений на дисплей будут также выводиться значения СКО (среднее квадратичное отклонение) и относительное СКО. ПО также рассчитает среднее значение, вычисленное в соответствии с установленным числом повторений.

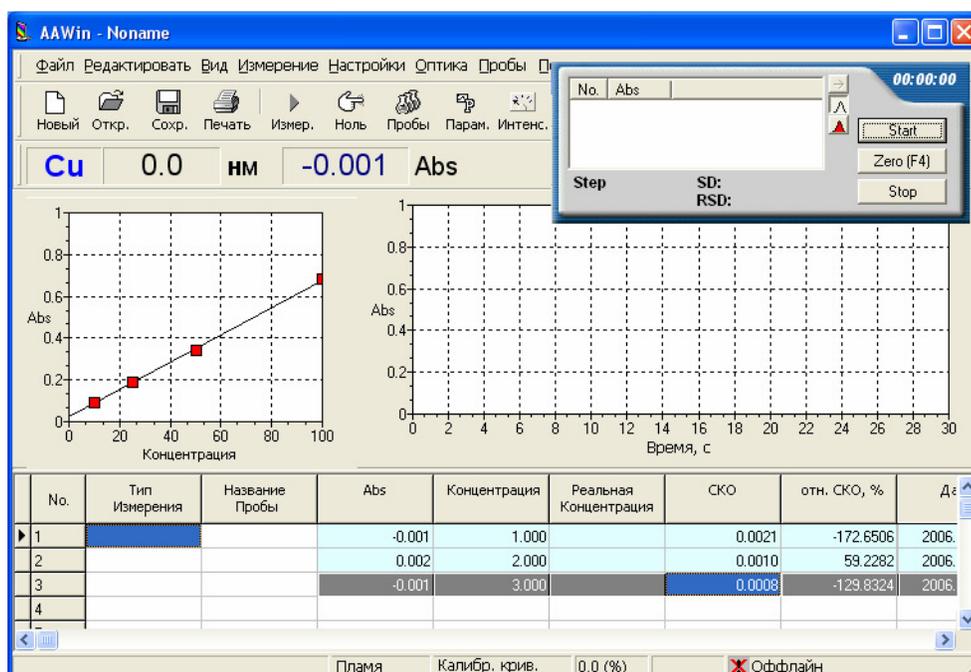


Рис. 5-11. Основное окно программы «AAWin» в процессе измерения

5.4. Измерения в электротермическом режиме

Измерения в электротермическом режиме не требуют поджига пламени. Перед началом измерений пожалуйста убедитесь в том, что защитная заслонка атомизатора снята и выбран электротермический атомизатор. Также убедитесь в том, что температурно-временная программа печи уже задана (см. 4.8.2).

Войдите в меню «Измерения»/«Пуск» или нажмите клавишу F5, или кнопку «Измер.» на панели управления. В правом верхнем углу появится окно измерения (рис. 5-10).

Процесс измерения и вид кривых практически не отличается от пламенного режима (см. 5.3).

5.5. Обработка результатов и вывод протокола

Функции обработки результатов и вывода протокола на печать подробно описаны в Главе 4.

5.6. Окончание измерений

Окончив анализ в пламени, выключите подачу ацетилена и распыляйте некоторое время холостой раствор, чтобы промыть небулайзер, затем выключите воздушный насос.

После окончания анализа в графитовой печи, выключите подачу аргона и закройте воду, подаваемую в охлаждающую систему. Уберите все растворы от спектрометра.

5.7. Выход из программы AAWin

После проведения измерений, сохранения или печати результатов вы можете воспользоваться меню «File»/«Exit» для выхода из программы. Перед тем, как выключиться, программа выдаст сообщение, напоминающее о том, что необходимо выключить спектрометр. Это сообщение всегда появляется при выходе из программы «AAWin», чтобы пользователь не забыл отключить питание спектрометра, закрыть воду и газ.

ГЛАВА 6. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

6.1. Диагностирование и устранение неисправностей

Атомно-абсорбционный спектрометр является точным прибором, пользователю не разрешено разбирать или модифицировать его. Однако пользователь может решить некоторые простые проблемы, возникающие при неправильном использовании прибора.

Пожалуйста, обратитесь к производителю, если вы не можете устранить неисправность своими силами.

6.2. Неполадки и методы их устранения

Спектрометр не включается

Нажатие на кнопку включения прибора не приводит к его включению.

Шаг за шагом:

1. Проверьте, включен ли прибор в розетку.
2. Проверьте, работает ли розетка, в которую включен прибор.
3. Проверьте напряжение в сети
4. Проверьте исправность предохранителя (3 А) на задней панели прибора.
5. Проверьте, не поврежден ли провод, если поврежден – замените его.

При инициализации спектрометра мотор длины волны не проходит проверку

При инициализации спектрометра появляется значок «» в строке «Wavelength»

1. Проверьте, правильно ли установлена ли рабочая лампа.
2. Проверьте, свободно ли проходит свет по оптическому пути.
3. Не прервалась ли внезапно связь спектрометра с компьютером.

Лампа элемента не светит или работает неправильно

1. Проверьте, вставлена ли лампа в патрон
2. Проверьте, включено ли питание спектрометра
3. Проверьте, не повреждена ли лампа.

Интенсивности не хватает для поиска пика, а напряжение ФЭУ на верхней границе

1. Проверьте, горит ли лампа.
2. Проверьте, поступает ли свет от лампы в оптический путь спектрометра и находится ли лампа в оптимальном положении
3. Проверьте, является ли выбранный пик характеристической линией элемента
4. Проверьте, проходит ли свет по оптическому пути.
5. Если лампа старая, ее интенсивности может быть недостаточно.
6. Выключите и снова включите основной блок спектрометра.

Нештатный поджиг или гашение пламени

Устройство поджига не работает при нажатии кнопки «Поджиг»

1. Проверьте, включен ли воздушный компрессор в сеть, давление на выходе должно быть не меньше 0.2МПа
2. Проверьте, достаточно ли воды в затворе
3. Проверьте, установлена ли головка горелки правильно.
4. Проверьте, не показывается ли сообщение об аварийном выключении пламени.
5. Проверьте, есть ли сообщение об утечке ацетилена.

Пламя не появляется после нажатия кнопки «Поджиг», а устройство поджига срабатывает.

1. Проверьте, не гаснет ли пламя после того как загорается, если это так, возможно в подводящих ацетилен трубках нет газа. Проверьте, открыт ли баллон с ацетиленом, не слишком ли длинны трубки подвода ацетилена, возможно ацетилен поступает в систему время от времени.
2. Проверьте, светит ли на горелку свет.
 - a. Проверьте, находится ли горелка в правильном положении
 - b. Проверьте установки горелки «Параметры горелки»
 - c. Проверьте, правильно ли выставлено выходное давление воздушного компрессора.

Низкая интенсивность дейтериевой лампы, если выбрана дейтериевая коррекция фона.

1. Проверьте, горит ли дейтериевая лампа, обратите внимание на факел дейтериевой лампы.
2. Проверьте, что выставленная длина волны меньше 320 нм.
3. Проверьте, что поворотное зеркало стоит под надлежащим углом – пятно от дейтериевой лампы совпадает с пятном от элементной лампы. Проверить это можно с помощью листа белой бумаги. Если пятна не совпадают, откройте левый кожух спектрометра и отрегулируйте положение пятна соответствующим винтом.

Нестабильный основной уровень интенсивности или регистрируется слишком сильный шум.

1. Проверьте интенсивность излучения - возможно, она слишком низкая, или выставлено высокое напряжение ФЭУ при высоком токе катода.
2. Проверьте стабильность напряжения в розетке, куда подключен спектрометр (это может приводить к высокому уровню шума).
3. Проверьте лампу элемента, заменив ее на другую - возможно, лампа имеет дефекты.
4. Проверьте, не дает ли большого уровня шума усилитель постоянного тока, стабильно ли напряжение.
5. Проверьте, нет ли рядом со спектрометром источника сильной вибрации.
6. Проверьте, нет ли в соседних помещениях оборудования большой мощности. Это может приводить к нестабильности основного уровня интенсивности.
7. Проверьте, не повреждены ли основные цепи электропитания спектрометра.

Низкое значение Abs или оно вообще отсутствует.

1. Проверьте правильность фокусировки света, свет должен проходить через центр щели горелки.

2. Проверьте, правильно ли выставлена высота пламени.
3. Проверьте состав подаваемой в пламя смеси.
4. Проверьте, правильно ли выставлена длина волны.
5. Проверьте интенсивность излучения лампы, она может быть слишком велика или слишком мала для корректной работы.
6. Проверьте, набирается ли достаточное количество пробы и правильно ли она распыляется.
7. Проверьте, что небулайзер не имеет дефектов.
8. Проверьте, не слишком ли низкое содержание определяемого элемента в пробе.
9. Проверьте, стабильно ли пламя и правильно ли выставлены параметры спектрометра.

Пламя нестабильно в процессе анализа.

1. Проверьте, стабильно ли давление на выходе воздушного компрессора.
2. Проверьте, стабильна ли подача ацетиленового газа.
3. Проверьте давление в ацетиленовом баллоне, пламя может быть нестабильно, если давление в баллоне слишком низкое.
4. Проверьте, не осадилась ли на горелке какие-либо соли.
5. Проверьте, нет ли препятствий в дренажной системе.
6. Проверьте, нормально ли работает водяной затвор в системе сброса стока.
7. Проверьте, не слишком ли велика скорость вытяжки.
8. Проверьте, нет ли рядом со спектрометром сильных воздушных потоков, способных повлиять на стабильность пламени.

Компенсация фона слишком мала при дейтериевой коррекции.

Проверьте, что пятно от дейтериевой лампы совпадает с пятном от элементной лампы.

Интенсивность излучения от лампы не меняется при изменении напряжения ФЭУ.

1. Проверьте, не слишком ли высоко значение интенсивности.
2. Проверьте связь компьютера с прибором, возможно программа работает в режиме «оффлайн».

Спектрометр не отвечает на запросы программы.

1. Проверьте, подключен ли спектрометр к компьютеру.
2. Проверьте, отвечает ли прибор на другие запросы программы.
3. Проверьте кабель подключения прибора к компьютеру.

Интенсивность слишком низка или не регистрируется в процессе измерения.

1. Проверьте, не блокирует ли что-нибудь свет от лампы.
2. Проверьте напряжение ФЭУ.
3. Проверьте, не завис ли компьютер, не перешел ли он в режим «офф-лайн»

Длина волн смещена или точность установки длины волны не удовлетворяет специфицированному значению ± 0.3 нм.

1. Используйте функцию «Коррекция длины волны» (п. 11.5 настоящего руководства)
2. Обратитесь, пожалуйста, к поставщику, если и после этого разброс остался больше ± 0.3 нм.

Атомизатор не открывается и не закрывается автоматически при смене печи.

1. Проверьте давление аргона, оно должно быть 0.4-0.5 МПа.
2. Проверьте, не блокирует ли что-нибудь подачу газа (не согнуты ли подводные шланги, не стоит ли на них что-нибудь).
3. Проверьте правильность подключения атомизатора к спектрометру.
4. Проверьте, не работает ли программа в режиме «оффлайн»

Сообщение о нештатном режиме нагрева печи при ее нагревании

1. Проверьте, что программа работает в режиме «он-лайн»
2. Проверьте, что скорость подачи воды в охлаждающую систему более 1 л/мин, а давление аргона 0.5 МПа.
3. Проверьте правильность подключения атомизатора к спектрометру.
4. Проверьте, включено ли питание графитовой кюветы

5. Проверьте, подключен ли к сети блок питания графитовой кюветы.

Abs слишком низкая или отсутствует при анализе в графитовой кювете.

1. Проверьте, проходит ли свет точно через центр графитовой кюветы.
2. Проверьте, правильно ли выставлена длина волны.
3. Проверьте интенсивность лампы, возможно она слишком низкая или наоборот, находится в зоне насыщения.
4. Проверьте правильность программы нагревания печи.
5. Проверьте, правильно ли задана стадия атомизации в программе нагревания печи.
6. Проверьте, выключен ли газ в процессе атомизации.
7. Проверьте, достаточно ли время интегрирования.
8. Проверьте не повреждена ли графитовая печь.

Блок атомизации слишком горячий в процессе анализа.

1. Проверьте скорость подачи воды в охлаждающую систему.
2. Проверьте, не мешает ли что-нибудь воде циркулировать в охлаждающей системе.
3. Проверьте температуру атомизации и очистки. Убедитесь, что время удержания температуры выше 2500⁰С не более 10 с.

Заблокировано поступление газа в систему, газ не проходит при анализе в графитовой печи.

1. Проверьте правильность подключения источника питания графитовой кюветы.
2. Проверьте, нет ли дефектов у электромагнитных клапанов. Откройте главный кожух графитовой печи для проверки и регулировки.