

ИБРАГИМОВА АРЗУ ЭЛЬДАР ГЫЗЫ

**РАЗРАБОТКА МЕТОДА АВТОМАТИЧЕСКОЙ
ИДЕНТИФИКАЦИИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЙ
ИНФОРМАЦИИ**

**3337.01 – Информационно-измерительные и управляющие
системы**

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора философии по технике

Баку – 2013

Работа выполнена на кафедре «Метрология, стандартизация и управление качеством» Азербайджанской Государственной Нефтяной Академии.

Научный руководитель:

Доктор технических наук, профессор

Н.Г. Фарзие

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, профессор
кандидат технических наук

Р.Т.Гумбатов
А.Г.Рзаев

Ведущая организация: Нефть-газ автомат научно-производственное объединение

Защита состоится 15.11. 2013 г. в 15.00 на заседании Диссертационного совета D 01.121 при Институте Кибернетики Национальной Академии Наук Азербайджана по адресу: AZ1141, Баку, ул. Б.Вагабзаде 9.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института Кибернетики НАН.

Автореферат разослан _____ 2013 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
к.ф-м.н

А.Б.Пашаев

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. В условиях формирования в нашей стране новых экономических отношений и возрастания влияния фактора конкуренции в различных отраслях промышленности первостепенное значение приобретает контроль качества продукции. Наиболее распространенным и универсальным методом анализа состава и физико-химических свойств жидких и газообразных сред в настоящее время является хроматография.

При хроматографическом анализе сложных смесей одной из основных проблем является идентификация их компонентов, т.е. качественный и количественный анализ. Существует ряд методов идентификации, однако каждым из них присущи определенные достоинства и недостатки, и ни один из них не является универсальным, т.е. не удовлетворяет современным требованиям хроматографии.

В предлагаемой работе разработан и исследован метод одно- и двухпараметрической идентификации сложных парогозовых смесей углеводов, основанный на расчленении процессов хроматографирования и идентификации, который позволяет создать интеллектуальный хроматограф, обеспечивающий возможность, как надежной идентификации компонентов, так и их достоверного количественного определения.

Цель работы. Целью настоящей работы являлась разработка метода идентификации для оперативного определения качественного и количественного состава сложных парогозовых смесей углеводов, основанного на сочетании параметров удерживания, молекулярной массы, создания базы данных для автоматизированной идентификации компонентов смесей.

Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

- разработан метод идентификации не зависимо от режимных параметров хроматографирования;
- исследована возможность увеличения достоверности идентификации компонентов сложных парогозовых смесей углеводов с использованием двух параметров идентификации;
- разработан алгоритм для автоматизированной идентификации компонентов сложных парогозовых смесей углеводов, основанный на сочетании указанных параметров удерживания, для дальнейшего сбора и обработки хроматографических данных в базу данных.

Научная новизна. В процессе исследований достигнуты следующие результаты:

- Разработан метод одно- и двухпараметрической идентификации многокомпонентных сложных парогазовых смесей углеводов, позволяющий создать интеллектуальный хроматограф;

- Разработана математическая модель идентификации с учетом универсального параметра, т.е. молекулярной массы, определяемой по сигналам двух детектирующих устройств;

- Разработана математическая модель идентификации, с учетом универсального параметра, т.е. молекулярной массы, определяемой по сигналам двух детектирующих устройств;

- Разработан алгоритм для автоматической идентификации хроматографической информации;

- Созданы базы данных времен удерживания и молекулярных масс компонентов, полученных на стандартной идентифицирующей колонке, для идентификации индивидуальных соединений.

Практическая ценность работы: Предложенный метод идентификации, основанный на расчленении процессов хроматографирования и идентификации многокомпонентных смесей с использованием стандартной идентифицирующей колонки, позволяет с большой достоверностью проводить определение качественного состава различных смесей, без участия человека, т.е. позволяет создать интеллектуальный хроматограф, что имеет важное практическое значение. Планируется практическое использование этой методологии для широкого круга специалистов, занимающихся хроматографическим анализом.

Разработанный способ оперативного определения состава многокомпонентных смесей обеспечивает возможность контроля качества этих смесей в процессе их производства, а особенно важное значение, имеет при проведении научных исследований, связанных с определением качества синтезируемых неизвестных смесей.

Данный метод может найти широкое применение в различных отраслях науки и промышленных производствах, таких как: нефтяная, нефтегазовая, нефтехимическая, медицинская и пищевая.

Кроме того, результаты работы могут быть использованы в лаборатории для учебного процесса, при выполнении курсовых и дипломных работ для бакалавров и докторских диссертаций.

Реализация работы. Результаты работы подтверждены Актом внедрения интеллектуального хроматографа для идентификации сложных парогозовых смесей углеводородов в Институте Химических Процессов при НАН, актом внедрения Азербайджанского Института Стандартов, а также результаты научных исследований внедрены в учебный процесс Азербайджанской Государственной Нефтяной Академии в виде лабораторных работ, курсовых проектов, а также научно исследовательских работ (имеется акт внедрения).

Апробация работы: Основные результаты работы представлены в виде докладов на следующих конференциях: XII Республиканская конференция аспирантов и молодых ученых (Баку, 2008); Международная научная конференция «Нефть - газ, нефтепереработка и нефтехимия», посвященная 90 летию АГНА (Баку, 2011г), XVI республиканская научная конференция докторантов и молодых ученых (Баку, 2012).

Публикации: По диссертации опубликовано 10 работ в виде статей и тезисов докладов на республиканских и международных конференциях.

Структура и объем работы: Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованных литературных источников и приложений. Изложена на страницах, а именно: страницах печатного текста, страниц рисунков, страницах таблиц, страницах списка использованных источников, включающих наименований, и страницах приложения.

На защиту выносятся:

1. Метод однопараметрической идентификации для оперативного определения состава сложных смесей, основанный на использовании основной и стандартной идентифицирующей колонки при различных режимных параметрах хроматографирования различных веществ;
2. Метод идентификации смесей с использованием двух детектирующих систем, позволяющих осуществить двухпараметрическую идентификацию с использованием двух плотномеров, для более точного определения качественного и количественного анализа смесей неизвестного состава;
3. Создания базы стандартных данных (времен удерживания полученных на стандартной колонке) по относительным временам удерживания и молекулярным массам компонентов, элюирующих из

стандартной идентифицирующей хроматографической колонки независимо от параметров разделения;

4. Алгоритм для автоматической идентификации хроматографической информации предназначенный для размещения полученных баз данных в Интернет, для дальнейшего его использования различными потребителями - хроматографистами.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы и показана необходимость разработки эффективного метода идентификации сложных парогазовых смесей углеводородов, позволяющего повысить достоверность качественного и количественного анализа сложных смесей, изложены цель, научная новизна и практическая ценность работы, реализация результатов и апробация работы.

Первая глава посвящена обзору и анализу существующих методов идентификации компонентов сложных смесей углеводородов, а также равночувствительному детектированию газов для двухпараметрической идентификации.

Показаны достоинства и недостатки этих методов, а также выявлен общий недостаток присущий каждому из этих методов, заключающийся в зависимости идентификации компонентов сложных смесей от режимных параметров хроматографирования. Т.е. ни один из существующих методов не удовлетворяет следующим требованиям, а именно:

1. Возможность идентификации веществ в широком диапазоне изменения концентрации;
2. Возможность автоматизирования процесса идентификации;
3. Эксплуатационные характеристики системы, разрабатываемой на базе выбранных методов идентификации, должны гарантировать удобство и простоту обслуживания, высокую надежность и достоверность результатов, а также минимальные затраты времени на процедуры идентификации;
4. Возможность проведения идентификации в широком диапазоне изменения рабочих параметров (температуры, давления в колонке и расхода газа-носителя);

5. Возможность идентификации большого класса веществ;
6. Обеспеченность универсальными стандартными справочными данными;
7. Возможность простого метрологического обеспечения;
8. Затраты на разработку системы идентификации и последующую ее эксплуатацию должны быть, по возможности, минимальными.

В этой же главе рассматривается возможность использования равночувствительного детектирования для двухпараметрической идентификации. Здесь были показаны достоинства равночувствительного детектора, обладающим принципиально важной характеристикой, а именно независимостью коэффициента чувствительности детектора от природы компонента.

На основе рассмотренных в главе факторов влияющих на достоверность идентификации, была произведена постановка задачи дальнейших исследований.

Вторая глава посвящена разработанному методу однопараметрической идентификации, заключающийся в расчленении процедуры по реализации идентификации от процедур хроматографического разделения, т.е. использовать две хроматографические колонки, последовательно соединенные друг с другом.

Первая, по ходу процесса колонка – главная или основная, предназначена для непосредственного хроматографирования веществ. Вторая, так называемая, стандартная идентифицирующая колонка используется для идентификации компонентов. Под стандартной колонкой понимается хроматографическая колонка определенной длины, заполненная выбранным сорбентом, и находящаяся при постоянной детерминированной температуре.

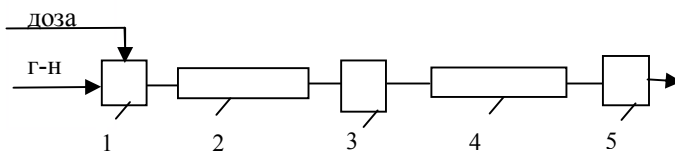
Хроматографирование на основной колонке может производиться при любых необходимых условиях анализа (температура, длина колонки, сорбент, газ-носитель). Разделенные на этой колонке компоненты последовательно поступают на стандартную колонку, которая имеет постоянную длину, набита одним и тем же сорбентом и всегда, независимо от условий хроматографирования на основной колонке, термостатируется при одной и той же температуре, значение которой выше возможной температуры основной колонки. На

стандартной идентифицирующей колонке осуществляется измерение времен удерживания протекающих по ней чистых компонентов.

Определение времен, удерживания осуществляется по сигналам двух детекторов, установленных на входе и выходе стандартной идентифицирующей колонки.

В зависимости от типа детектора (разрушающего или неразрушающего исследуемое вещество) возможны две схемы идентификации. На рис.1 показана схема идентификации с использованием стандартной колонки.

Схема включения детекторов при идентификации веществ по величинам их удерживания на стандартной колонке



1-дозатор; 2-основная хроматографическая колонка;
3,5-детекторы; 4-стандартная колонка

Рис.1

Идентификация компонентов анализируемой смеси осуществляется в следующей последовательности. Исследуемая смесь через дозатор 1 вводится в хроматографическую колонку 2, где она разделяется на отдельные компоненты, которые поступают в детектор 3, а затем, через стандартную колонку 4 – в детектор 5. В процессе прохождения компонентов через детекторы 3 и 5, последние формируют сигналы измерительной информации, регистрируемые на диаграммах самописцев в виде последовательности хроматографических пиков. На рис 2 представлены сигналы, зарегистрированные на диаграммах самописцев при поступлении в детекторы 3 и 5 *i*-го компонента исследуемой многокомпонентной смеси.

Временные диаграммы сигналов детекторов при идентификации веществ по величинам удерживания на стандартной колонке

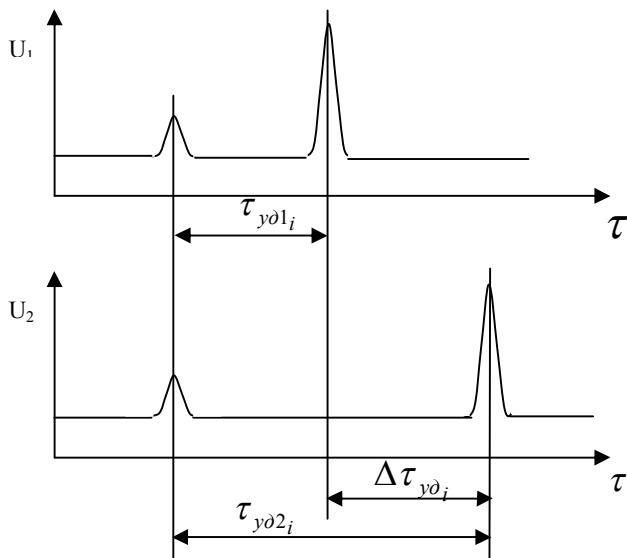


Рис.2

Интервал $\tau_{y\partial 1 i}$ соответствует времени между моментом ввода исследуемой смеси в поток газа-носителя и моментом появления максимума пика i -го компонента на диаграмме самописца детектора 3, т.е. времени удерживания i -го компонента на первой колонке, а интервал $\tau_{y\partial 2 i}$ – времени между моментом ввода исследуемой смеси в поток газа-носителя и моментом появления максимума пика того же компонента на диаграмме самописца детектора 5, т.е. времени удерживания i -го компонента на двух колонках.

Идентификация i -го компонента осуществляется по величине $\Delta\tau_{y\partial i}$, расчет которой проводится по формуле:

$$\Delta\tau_{y\partial i} = \tau_{y\partial 2 i} - \tau_{y\partial 1 i} \quad (1)$$

Величина $\Delta\tau_{y\delta i}$ представляет собой время удерживания i -го компонента на стандартной колонке.

Определения $\Delta\tau_{y\delta i}$ может быть осуществлено и по алгоритму, суть которого состоит в том, что отсчет времени удерживания на стандартной колонке $\Delta\tau_{y\delta i}$ начинается с момента регистрации максимума пика i -го компонента детектором 3, установленным на входе СК. Применение конкретного алгоритма расчета времени удерживания $\Delta\tau_{y\delta i}$ зависит от размещения детектирующих устройств и элементов автоматики.

Дальнейшая процедура идентификации включает сопоставление найденных значений $\Delta\tau_{y\delta i}$ со значениями, полученными для веществ-стандартов на стандартной колонке. Совпадение $\Delta\tau_{y\delta i}$ с каким-либо табличным значением позволяет идентифицировать – i -компонент.

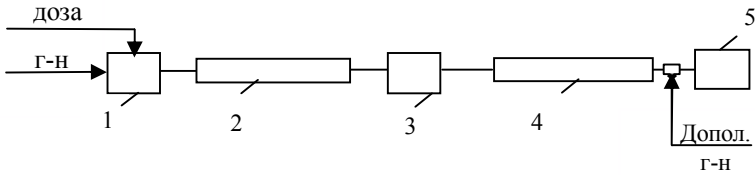
Описаны результаты исследования на интеллектуальном хроматографе с использованием стандартной идентифицирующей колонки. На основании полученных данных исследована возможность сокращения времени анализа компонентов сложных смесей, за счет использования стандартной колонки.

В третьей главе описан новый метод двухпараметрической идентификации, для более точного определения качественного и количественного анализа неизвестных смесей. Ранее описанный метод идентификации с применением стандартной колонки и использовании комбинации детекторов, позволяет перейти от однопараметрической к двухпараметрической идентификации, т.е. по времени удерживания и физико-химическому свойству, т.е. по молекулярной массе.

Была поставлена задача решения двухпараметрической идентификации с использованием двух детекторов по плотности. Принципиальная схема идентификации с двумя плотномерами показана на рисунке 3.

В этой схеме, в отличие от предыдущих, во второй детектор вводится смесь, состоящая из газа – носителя из стандартной колонки и подмешиваемый к нему дополнительный газ с постоянным расходом.

Принципиальная схема идентификации с двумя плотномерами



1-дозатор; 2-основная хроматографическая колонка; 3, 5-детекторы по плотности; 4-стандартная колонка

Рис. 3

Если в качестве основного газа-носителя может служить гелий или водород, то дополнительным газом может служить воздух или углекислый газ.

Пусть с выхода хроматографической колонки исследуемое вещество, в виде разделившихся во времени компонентов, поступает в первый детектор по плотности, а затем, пройдя стандартную колонку, эти компоненты, смешиваясь с дополнительным газом, поочередно поступают во второй детектор, который преобразует концентрации исследуемых компонентов в потоках газа-носителя в сигналы измерительной информации. Последние регистрируются в виде хроматографических пиков на диаграммах самописцев соответствующих детекторов. Площади каждого из пиков на диаграммах указанных детекторов можно представить следующим образом.

Сигнал первого детектора для какого-либо неизвестного i -го компонента записывается в виде:

$$S_{1i} = k_1(\mu_i - \mu_{г-н})x_1(t) \quad (2)$$

При прохождении того же i -го компонента через второй детектор, сигнал этого детектора будет:

$$S_{2i} = k_2(\mu_i - \mu_{см})x_2(t) \quad (3)$$

Теперь запишем сигналы этих детекторов для известного компонента – стандарта. В качестве стандартного вещества может служить введенный компонент с известной молекулярной массой μ_{cm} или же любой известный компонент анализируемой хроматографической смеси. Следует отметить, что всегда при хроматографировании хотя бы один компонент бывает известен.

$$S_{1cm} = k_1(\mu_{cm} - \mu_{z-n})x_1'(t) \quad (4)$$

$$S_{2cm} = k_2(\mu_{cm} - \mu_{cm})x_2'(t) \quad (5)$$

где $\mu_{cm} = \mu_{z-n} \cdot \alpha_1 + \mu_{доп.z-n} \cdot \alpha_2$

α_1, α_2 - доля газа-носителя и дополнительного газа-носителя в смеси;

$S_{1i}, S_{2i}, S_{1cm}, S_{2cm}$ - соответственно площади пиков i -го компонента и стандарта на первом и втором детекторах;

k_1, k_2 - коэффициенты чувствительности первого и второго детекторов;

$\mu_i, \mu_{cm}, \mu_{z-n}, \mu_{cm}$ - соответственно молекулярные массы i -го компонента, стандарта, газа-носителя и смеси;

$x_1(t), x_1'(t)$ - соответственно концентрация i -го компонента в газе-носителе, определяемая первым детектором;

$x_2(t), x_2'(t)$ - соответственно концентрация i -го компонента в смеси газа-носителя, определяемая вторым детектором.

Ввиду того, что через оба детектора проходит одна и та же смесь, то получим

$$\frac{x_1(t)}{x_{1cm}(t)} = \frac{x_2(t)}{x_{2cm}(t)} \quad (6)$$

Разделив (2) на (4), а (3) на (5) с учетом выражения (6) получим:

$$\frac{S_1(\mu_i - \mu_{2-H})}{S_{cm}(\mu_{cm} - \mu_{2-H})} = \frac{S_2(\mu_i - \mu_{cm})}{S_{cm}(\mu_{cm} - \mu_{cm})} \quad (7)$$

Обозначим

$$A = \frac{S_1}{S_{cm}(\mu_{cm} - \mu_{2-H})} \quad B = \frac{S_2}{S_{cm}(\mu_{cm} - \mu_{cm})}$$

Отсюда получим

$$\begin{aligned} A \cdot (\mu_i - \mu_{2-H}) &= B \cdot (\mu_i - \mu_{cm}) \\ A \cdot \mu_i - A \cdot \mu_{2-H} &= B \cdot \mu_i - B \cdot \mu_{cm} \\ \mu_i \cdot (A - B) &= A \cdot \mu_{2-H} - B \cdot \mu_{cm} \\ \mu_i &= \frac{A \cdot \mu_{2-H} - B \cdot \mu_{cm}}{A - B} \end{aligned} \quad (8)$$

Таким образом, молекулярная масса неизвестного компонента рассчитывается по формуле (8)

В раскрытом виде эта формула будет иметь вид:

$$\mu_i = \frac{\mu_{2-H} \frac{S_1}{S_{cm1}(\mu_{cm} - \mu_{2-H})} - \mu_{cm} \frac{S_2}{S_{cm2}(\mu_{cm} - \mu_{cm})}}{\frac{S_1}{S_{cm1}(\mu_{cm} - \mu_{2-H})} - \frac{S_2}{S_{cm2}(\mu_{cm} - \mu_{cm})}} \quad (9)$$

Как видно из полученной математической модели, молекулярная масса идентифицируемого компонента может быть рассчитана по значениям известных площадей, регистрируемых первым и вторым детекторами и известных молекулярных масс (μ_{cm} , μ_{cm} , μ_{2-H}).

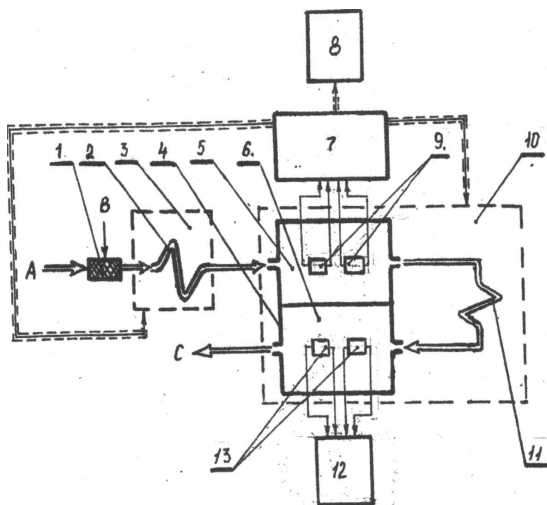
Полученная информация об интервалах времени и используется для вычисления разности $\Delta\tau_{уд}$, которая служит основой для определения характеристик удерживания, по формуле (1). Эти характеристики используются в качестве первого критерия идентификации веществ.

Вторым критерием служит молекулярная масса i -го компонента, которая вычисляется по формуле (9).

При наличии банка данных о характеристиках удерживания и молекулярной массе вычислительное устройство осуществляет идентификацию по названным критериям.

Также в этой главе разработана новая принципиальная схема интеллектуального хроматографа, с использованием стандартной идентифицированной колонки на одном модифицированном хроматографе (рис.4).

Схема модифицированного интеллектуального хроматографа



1 - устройство ввода анализируемой пробы; 2 - основная гх колонка; 3,10 – термостаты; 4 – четырехплечевой термокондуктометрический детектор; 5 - измерительная ячейка основной колонки; 6 - измерительная ячейка стандартной колонки; 7 - блок управления; 8 - потенциометр КСП - 4; 9,13 - термоприемники; 11 - стандартная колонка; 12- мост КСМ-4

Рис. 4

Так как предыдущий стенд обладает аппаратурным излишеством и пространственной разобщённостью, было предложено создание прибора для идентификации качественного состава парогазовых смесей, осуществлённого на одном, модифицированном хроматографе.

Электрическая схема детектора, ранее составлявшая единую цепь, была разделена на два контура.

Первый из них охватывал часть, связанную с термоприёмниками 9, заключёнными в измерительный канал 5 стандартного четырёхплечевого кондуктометрического детектора 4, и блок управления (БУ) 7. В состав последнего входил регистратор, в качестве которого был использован компенсационный самопишущий потенциометр КСП-4, а также измерительный мост, в плечи которого и были подключены термоприёмники 9. Второй контур охватывал часть, связанную с термоприёмниками 13, находившимися в сравнительном канале 6 того же детектора 4 и включёнными в плечи компенсационного самопишущего моста КСМ-4.

Что же касается газового тракта детектора 4, то он, ранее представляющий две обособленные линии с соответствующими каналами (измерительный 5 и сравнительный 6), стал составлять единое целое. Последнее достигалось путём включения между выходом канала 5 и входом канала 6 стандартной колонки 11 (во избежание лишних пересечений электрических и газовых линий, затрудняющих восприятие чертежа в целом, стандартная колонка 11 условно замыкает выход измерительного канала 5 не с входом сравнительного канала 6, а с его выходом).

Такое разделение детектора 4 по электрическому тракту, и объединение его каналов по газовому тракту приводило к тому, что измерительный 5 и сравнительный 6 каналы одного стандартного, четырёхплечевого термокондуктометрического детектора 4 – превращались в два самостоятельных измерительных канала – два двухплечевых термокондуктометрических детектора (канал 5, термоприёмники 9 и канал 6, термоприёмники 13). Следует отметить, что оба упомянутых канала и соединяющая их стандартная колонка 11 были размещены в одном, общем для них теперь, собственном термостате 10 детектора 4. Последнее обеспечивало пребывание детекторов и стандартной колонки при одной и той же постоянной температуре.

Первый из этих детекторов (канал 5, термоприёмники 9) предназначался для приёма компонентов парогазовой смеси,

разделившейся на основной ХГ колонке 2 и детектирования их сигналов. Второй же детектор (канал 6, термоприёмники 12) предназначался для детектирования сигналов тех же компонентов, но уже прошедших стандартную колонку 11 со скоростями, индивидуальными для каждого из них.

Таким образом, была доказана поставленная цель двухпараметрической идентификации, на базе которой осуществляется автоматическая идентификация хроматографической информации.

Четвертая глава рассматривает вопросы метрологического обеспечения интеллектуального хроматографа со стандартной идентифицирующей колонкой.

Метрологическое обеспечение хроматографа, занимающийся самим процессом хроматографирования, по существу состоит из стандартных подходов в соответствии с ГОСТ 8.485-83.

Метрологическое обеспечение предложенной стандартной идентифицирующей колонки устанавливает необходимую длину и диаметр колонки, блок подготовки дополнительного газа (расход, давление), блок соединения стандартной идентифицирующей колонки с детектирующими устройствами, совмещенный блок поддержания температуры, блок преобразования аналоговых сигналов в цифровые.

По этой причине она может быть отнесена к нестандартизованным средствам измерений, метрологическое обеспечение которых осуществляется в соответствии с ГОСТ 8.326-78.

При испытании и внедрении стандартной идентифицирующей колонки использовались известные методы градуировки и поверки хроматографов.

Для приготовления хроматографических колонок необходимо выбрать в соответствии с поставленными задачами сорбент или стационарные фазы для капиллярных колонок. Приготовление колонок заключается в промывке их, подготовке сорбента, заполнении колонок сорбентом и термостабилизации колонок. Для приготовления стандартной колонки была выбрана насадочная колонка длиной 4 м и диаметром 3 мм, заполненная насадкой из хромосорба 60-80 меш, содержащая 20% жидкой фазы полипропиленгликоль, а также капиллярная стандартная идентифицирующая колонка длиной 1,2 м и диаметром 1 мм, заполненная насадкой из порapak Т-этиленгликоль-диметакрилата с зернением 60-80 меш.

Градуировка и поверка газового хроматографа со стандартной колонкой необходимо проводить по аттестованным поверочным газовым смесям, приготовленным способом смешения по массовым долям.

В заключении в диссертации сформулированы основные результаты работы.

В приложении приведены две таблицы и акты внедрения результатов работы.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

Разработан и экспериментально проверен метод идентификации многокомпонентных сложных смесей для парогазовой хроматографии для оперативного качественного и количественного анализа сложных смесей, позволяющий найти высокоэкономичное решение актуальных задач автоматической интерпретации хроматографической информации.

Этот метод идентификации сложных смесей, позволяющий создание интеллектуального хроматографа со стандартной идентифицирующей колонкой, позволяет получить следующие результаты:

- поставлена и обоснована задача разработки интеллектуального хроматографа со стандартной колонкой для получения оперативной информации о качественном и количественном составе многокомпонентных сложных смесей;

- разработана экспериментальная установка и проведена экспериментальная проверка интеллектуального хроматографа со стандартной колонкой;

- предложены и теоретически обоснованы новые методы идентификации с использованием стандартной колонки для однопараметрической и двухпараметрической идентификации сложных многокомпонентных смесей, с использованием комбинации детекторов;

- созданы базы данных времен удерживания и относительных объемов удерживания компонентов, полученных на стандартной колонке, для идентификации компонентов неизвестных соединений;

- в результате проведенных исследований предложена методология идентификации компонентов сложных углеводородных, основанная на сочетании данных по относительным объемам удерживания индивидуальных компонентов, их молекулярной массе и разработан

алгоритм для автоматической идентификации хроматографической информации;

- с учетом современных требований унификации средств измерений и блочно-модульного принципа построения средств аналитической техники разработаны блочная и принципиальная схема интеллектуального газового хроматографа со стандартной колонкой;

- по разработанной принципиальной схеме, с использованием предложенной методики построен газовый хроматограф со стандартной колонкой, отличающийся простотой конструкции, а также оперативностью получения информации, что, в конечном итоге, позволяет повысить эффективность автоматического контроля.

Результаты работы изложены в следующих публикациях:

1. Фарзана Н.Г., Ибрагимова А.Э. Разработка интеллектуального хроматографа.// Известия Национальной Академии Наук Азербайджана, изд-во «Элм», 2010г, № 3, с. 156-160;
2. Фарзана Н.Г., Ибрагимова А.Э. Экспериментальные исследования по созданию интеллектуального хроматографа - Известия Национальной Академии Наук Азербайджана, изд-во «Элм», 2011г, № 3, с. 107-110;
3. Ибрагимова А.Э. Идентификация капиллярного хроматографического анализа с использованием стандартной колонки - Известия Высших Технических Учебных Заведений Азербайджана, изд-во АГНА, 2011г, № 5, с. 83-86;
4. Кулешов Н.В., Славнов Ю.А. Ибрагимова А.Э. Разработка новой элементной базы для щелочных электролизеров воды - «Естественные и технические науки», Москва, изд-во «Спутник» 2011г, №6, с. 75-78;
5. Фарзана Н.Г., Ибрагимова А.Э. Двухпараметрическая идентификация сложных смесей на стандартной колонке - «Нефтяное хозяйство Азербайджана», Баку, изд-во , 2012г;
6. Ибрагимова А.Э., Мамедов Г.М. Идентификатор качества парогазовых смесей - Издательство «Радиотехника», «Информационно-измерительные и управляющие системы», Москва, 2012г, с. 59-62;
7. Ибрагимова А.Э. Идентификация веществ комбинацией детекторов. Материалы международной научной конференции «Нефть-газ,

- нефтепереработка и нефтехимия», посвященная 90 летию АГНА, изд-во АГНА, 2011г, № 5-6, с. 302;
8. Н.Г.Фарзана, А.Э.Ибрагимова. Хроматографический качественный и количественный анализ веществ. Материалы международной научной конференции «Нефть-газ, нефтепереработка и нефтехимия», посвященная 90 летию АГНА, изд-во АГНА, 2011г, № 5-6, с. 298-300;
 9. Ибрагимова А.Э. Новый метод идентификации сложных смесей при хроматографическом анализе. Материалы XVI республиканской научной конференции докторантов и молодых ученых, 2012, изд-во «Муаллим», с.143-145;
 10. Ибрагимова А.Э. Автоматическая интерпретация хроматографического анализа Материалы XII республиканской научной конференции докторантов и молодых ученых, изд-во АГПУ, 2008, с.139-139.

Вклад соискателя в работы, опубликованные в соавторстве:

[1] – определение недостатков существующих методов идентификации и разработка структурной схемы для однопараметрической идентификации;

[2] – проведение анализа, сбор и обработка данных по параметрам удерживания полученных при исследовании;

[4] – исследование проверки чистоты выделяемых газов путем хроматографического анализа для щелочных электролизеров воды;

[5] – разработка алгоритма обработки данных, для двухпараметрической идентификации;

[6] – предложена и разработана структурная схема модифицированного хроматографа;

İBRAHİMOVA ARZU ELДАР QIZI XROMATOQRAFİK İNFORMASIYANIN AVTOMATİK İDENTİFİKASIYASI ÜSULUNUN İŞLƏNİLMƏSİ

XÜLASƏ

Dissertasiya işi aktual məsələ olan müxtəlif maddələrin, o cümlədən Respublikamızda zəruri olan neft məhsullarının keyfiyyət analizinə həsr olunmuşdur. Müxtəlif maddələrin keyfiyyətinin qiymətləndirilməsinin realizə edilməsi adətən analiz aparən heyətin yüksək ixtisaslı olmasını və analizin müddətinin azaldılmasını tələb edir. Bu məqsədlə müxtəlif qarışıqların keyfiyyət göstəricilərinin operativ və avtomatik nəzarət üsullarının yaradılması məqsəd kimi qarşıya qoyulmuşdur.

Dissertasiya işində müxtəlif maddələrin keyfiyyət və kəmiyyət analizinin yeni bir və ikiparametrlı identifikasiya üsulları təklif olunmuşdur. Göstərilmiş üsullar operativ üsullar sayılır və onların avtomatlaşdırılması, intellektual xromatoqrafın yaradılmasına gətirib çıxarır. Bu da öz növbəsində qısa müddətdə məhsulun keyfiyyətinin qiymətləndirilməsinə imkan verir, eyni zamanda yüksək kvalifikasiya tələb etmir. Təklif olunan üsullar üzrə analiz nəticələri müasir kompüterlər vasitəsilə verilənlər bazasında qeyd olunur və İnternetə qoyulur. Bu da öz növbəsində müxtəlif siniflərə aid olan məhsulların keyfiyyətinin təyin edilməsinə və məhsulun tərkibində olan komponentlərin müəyyən olunması üçün dərəcələnmə işlərinin azaldılmasına imkan verir.

IBRAQIMOVA ARZU ELDAR

DEVELOPMENT OF A METHOD OF AN AUTOMATIC IDENTIFICATION OF CHROMATOGRAPHIC INFORMATION

SUMMARY

Dissertation work is devoted to an actual problem of definition of qualitative structure of various substances, including the oil products being property of our Republic. The assessment of quality of various substances as a rule demands reduction of time of carrying out the analysis, and also high qualification of the pesonnel carrying out this analysis. The problem of creation of a new method of expeditious automatic control of indicators of quality of various substances was for this purpose set.

In dissertation work new methods one- and two-parametrical identification of multi component substances (qualitative and quantitative analysis) were offered. The specified methods are quick and their automation leads to creation of the intelligent chromatograph that in turn allows to estimate for a short time quality of production and at the same time doesn't demand high qualification of the personnel carrying out the analysis.

The results of researches confirming legitimacy of these methods, gathering in the computer database, entered into Internet for further replenishment, allows to define qualitative structure of the products relating to various classes and to reduce calibration works.

İBRAHİMOVA ARZU ELДАР QIZI

**XROMATOQRAFİK İNFORMASIYANIN AVTOMATİK
İDENTİFİKASIYASI ÜSULUNUN İŞLƏNİLMƏSİ**

3337.01 – İnformasiya-ölçmə və idarəetmə sistemləri

texnika elmləri üzrə fəlsəfə doktoru alimlik dərəcəsi
almaq üçün təqdim edilmiş dissertasiyanın

AVTOREFERATI

Bakı - 2013