## 前言

一、 如何快速入门

在您使用我们的 N2000 色谱工作站时,你想快速学会操作该系统时,并不需要每一个章节依次看下去,您可以直接进入到第二章的 2.2和2.3节,根据你采用的定量分析方法不同参照第九章、第十 章及十一章进行操作。

二、 N2000 工作站的结构

我们根据生产实际需要将 N2000 色谱工作站分别设计开发了在 线和离线色谱工作站两大块。前者特点:N2000 在线工作站根据进样 采集到的实验信息,记录信号并对其进行处理,判别信号并计算和输 出实验结果;后者的区别在于它无采样功能,其侧重点在于对数据进 行后处理。

@浙沙大学

# 目录

第一章 简介	
1.1 N2000 色谱工作站对计算机的	为要求6
1.2 N2000 色谱工作站主要性能与	技术指标6
1.2.1 整机性能	
1.2.2 峰处理能力	
1.2.3 谱峰定性鉴别方法	
1.2.4 积分参量	6
1.2.5 定量计算方法	6
第二章 安装与卸载 N2000 型色谱]	_作站7
2.1 N2000 工作站的安装	7
2.1.1 硬件的安装	7
2.1.2 软件的安装	
2.2 N2000 在线色谱工作站操作步	·骤13
2.3 N2000 工作站标准操作步骤.	
第三章 N2000 型色谱工作站的有关	概念17
3.1 本工作站需用到的部分色谱专业	业术语17
3.1.1 色谱图的有关概念	
3.1.2 峰处理参数	
3.2 色谱处理的相关概念	17
3.2.1 数据采集	17
3.2.2 积分	17
3.2.3 定量	
3.2.4 校准	
3.2.5 报告	
3.3 本工作站的特有概念介绍	
3.3.1 方法	
3.3.2 组分表	
3.3.3 谱图 DAT 文件	
3.3.4 ORG 文件	19
3.3.5 MDY 文件	19
3.3.6 实验日志	19
3.3.7 手动积分事件表	
3.4 本工作站通用的文件操作方式	式19
3.4.1 方法的加载	
3.4.2 方法的保存	
3.4.3 方法的另存	
3.4.4 方法的缺省	
3.4.5 谱图的打开	
3.4.6 谱图的保存	
3.5 本工作站通用的谱图操作方式.	
3.5.1 谱图的放大	

●浙ジ大学

3.5.2 谱图的缩小	19
3.5.3 谱图的拖动	19
3.5.4 选择一个色谱峰	19
3.5.5 选择一个时间段	19
3.5.6 谱图的全量程显示	19
3.5.7 谱图的自动显示	19
3.5.8 范围不变	19
第四章 N2000 在线色谱工作站系统介绍	20
4.1 概述	20
4.2 主菜单	20
4.2.1 主菜单	20
4.2.1.1 方法菜单	20
4.2.1.2 报告菜单	23
4.2.1.3 系统设置菜单	24
4.2.1.4 窗口菜单	25
4.2.1.5 帮助菜单	25
4.3 工具栏	
4.3.1 缺省工具栏	26
4.3.2 打开工具栏	26
4.3.3 保存工具栏	26
4.3.4 另存工具栏	26
4.3.5 编辑工具栏	26
4.3.6 1通道工具栏	26
4.3.7 2通道工具栏	26
4.3.8 窗口排列工具栏	26
4.3.9 日志工具栏	26
4.4 采样通道窗口	27
4.4.1 实验信息	27
4.4.2 方法	27
4.4.2.1 采样控制介绍	
4.4.2.2 积分	
4.4.2.2.1 积分参量的选择	28
4.4.2.2.2 积分方法的选择	29
4.4.2.2.3 积分参数的选择	29
4.4.3 组分表的编辑	29
4.4.4 谱图显示设置	33
4.4.5 报告编辑	33
4.4.6 仪器条件的输入	37
第五章 N2000 离线色谱工作站操作说明	
5.1 定制报告	
5.2 比较谱图	43
5.2.1 谱图的分开与合并	43
5.2.2 谱图的对齐	43

浙江大学智能信息工程研究所

☞ 浙沪大学

5.2.3 谱图的相加减	44
5.3 手动积分	44
5.3.1 手动画基线	45
5.3.2 强制改变峰	45
5.3.3 移动起/终点	45
5.3.4 增加/删除分割线	45
5.3.5 添加峰	45
5.3.6 前/后向水平基线	45
5.3.7 添加/删除负峰	45
5.4 手动积分事件表	45
5.5 模似显示	46
第六章 第一次进样示例	47
6.1 进入工作站	47
6.2 串行口设置	47
6.3 通道的选择	48
6.4 采样控制设置	48
6.5 进标样	50
第七章 实验方法的编辑	51
7.1 实验信息的编辑	51
7.2 方法的选择	51
7.2.1 采样控制的设置	52
7.2.2 积分方法及参数的编辑	54
7.2.2.1 积分方法的选择	54
7.2.2.2 积分参数的选择	54
7.3 组分表的编辑	55
7.4 谱图显示的编辑	55
7.5 实验报告的编辑	55
7.6 仪器条件的设置	55
第八章 校正	56
8.1 校正原理	56
8.1.1 校正类型	56
8.1.2 介绍系统校正	56
8.1.3 建立一个校正方法	57
8.2 校正方法	59
8.2.1 采集标样校正	59
8.2.2 单运行校正	62
8.2.3 加入标样校正(多点)	63
8.2.4 加入樯样校正(单点)	63
8.4 观察峰校正曲线	63
8.5 积分参数项	64
第九章 用面积归一法做一个样品	66
第十章 在在线色谱工作站中用内标法测试样品	68
第十一章  用面积外标法做一个样品	75

☞ 浙沪大学

第十二章	N2000 色谱工作站日常维护	
第十三章	N2000 工作站服务指南	

## 第一章 简介

谢谢您购买我们的色谱数据工作站,为了保证您的正确操作,请详细阅读这本说明 书,其中介绍了工作站的主要性能与技术指标、安装、卸载、调试及操作示例等方面的 情况。若有不明之处,请及时与我们联系,我们会给您最满意的解答。

任何产品都有他的不足之处,我们的产品也不例外,如果您对我们的色谱数据工作 站有一些建议的话,也敬请及时与我们联系,以便我们根据您的要求对软件的进行更新 完善。

1.1 N2000 色谱工作站对计算机的要求:

奔腾 CPU 166 MHZ 以上, 内存 32M 以上(推荐 64M), 配备一个光驱, 安装 了中文 WINDOWS98 操作系统或中文 WINDOWS95 与 IE4.0(必配)。显示器最 低要求为 256 色 800×600 的分辨率,并设置为小字体(内置式至少有一个 空闲的 ISA 插槽,外置式至少有一个 COM 口)。

1.2 N2000 色谱工作站主要性能与技术指标:

1.2.1 整机性能:

输入通道数:2个 输入电压范围:-5mV-1.7V 输入阻抗:>10M 积分灵敏度:1uV·秒 最小分辨率:0.1 uV 动态范围:107 线性度:±0.1%

- 1.2.2 峰处理能力
  - 可处理的峰个数:大于1000个(与计算机资源有关)
  - 可处理的最小峰宽:0.1秒
  - 具有自动时间程序
  - 具有手动积分功能
  - 可自动识别各种复杂峰形并准确分割
  - 基线自动跟踪与校正
  - 负峰影响自动消除
  - 符合 ISO、GMP 规定
- 1.2.3 谱峰定性鉴别方法

保留时间法 组份表鉴别法

- 1.2.4 积分参量:峰面积或峰高
- 1.2.5 定量计算方法

归一法 校正归一法(带比例因子的校正归一法) 内标法 分组法 多内标法

❀淅汐大望

外标法 指数法

😪 浙河大学

## 第二章 安装与卸载 N2000 型色谱工作站

#### 2.1 N2000 工作站的安装:

- 2.1.1 硬件的安装
  - 1、设备清单检查

在安装系统以前,请先按照装箱单检查各个设备及附件是否齐全。 N2000 色谱工作站的标准配置包括下面几个部件:

- 1) 工作站数据采集卡(或器),一块(或只);
- 2) 通讯线一根(连接串行口与采集卡间);
- 3) 信号线(含启动开关)一根(连接工作站与色谱仪);
- 4) 操作说明书一份;
- 5) 保修卡一份;
- 6) N2000 色谱工作站软件(光盘)一张;
- 注:如发现上述部件缺失,请及时与本公司联系。
- 2、安装工作站硬件(内置式)

在做完上述检查后,可按如下方法开始安装色谱工作站硬件系统。

- 第一步:关掉主机电源;
- 第二步:把显示器从主机上搬下;

第三步:取下计算机机箱背面的三颗(四颗)螺钉,如图A、B所示,并打开机箱盖;



图 B

# 警告:硬件的安装切勿在带电的情况下拔 插任何设备!!!

第四步:选择一个空的 ISA 扩展槽并拧下该槽相应的档条螺钉,取下该档条,如图 C 所示;



第五步:安装色谱工作站数据采集卡于扩展槽上,如图 D 所示,用螺钉扭紧数据采集 卡于背板上;



图 D

第六步:将主机箱盖滑回主机上,重新拧上机箱背面的螺钉,如图所示A; 第七步:用信号线将色谱仪的信号输出源连接到数据采集卡; 第八步:用通讯线将计算机的串行口与数据采集卡连接起来,**注意:通讯线连接** 计算机串行口的接头有大小各一个,分别为9针和25针,<u>您只要根据您</u>

😪 浙江大学

<u>计算机的串口类型选用其中一个,而将另外一个空闲。</u>(因不同的计算机的 串行口是不一样的。)

3. N2000 色谱工作站(外置式)的安装

#### 2.1.2 N2000 色谱工作站软件的安装

1、)软盘安装方法:

将 N2000 色谱工作站的第一张安装盘插入软驱中,如图 1 所示,在桌面上双击图标"我的电脑",弹出图 2 所示的对话框;接着双击图标 A,可运行并看到 A:驱中的所有文件 夹及文件,如图 3 所示,双击 SETUP.EXE 命令,依照安装程序的提示进行相应确认并换 盘即可。其操作要领可参见图 5。





第 10 页 共 86

●浙ジ大学

😪 浙河大学

#### 2.)从光盘安装 N2000 型色谱工作站:

将 N2000 色谱工作站光盘放入光驱,从双击桌面上图标"我的电脑"开始,依照光驱(F:)、 N2000 安装目录、DISK1 目录、SETUP.EXE 安装顺序,执行光盘中\N2000 安装\DISK1 目录下 的 SETUP.EXE 命令,如图 4 所示。依照安装程序的提示进行相应确认即可。(假设 F:为光驱, 实际与用户计算机硬盘分区有关)



创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页

浙江大学智能信息工程研究所

第 12 页 共 86

😪 浙江大学

#### 3) 执行安装程序,将 N2000 色谱工作站安装到硬盘中

您只要按照提示依次点击下一步并输入安装序列号,最后点击完成即可,如下图5所示: 注意:安装时的序列号在安装盘的标签上,请千万不能输错,否则工作站将 无法进行正常工作。



😪 浙江大学

- 4) 如果您在安装完毕 N2000 色谱工作站后, 运行在线色谱工作站如果没有色谱仪的信号输
- 入,若确认色谱仪采集和输出线正常时,请重新选择 N2000 色谱工作站所用的串行口!!

注:对于常规计算机而言,只有两个串口,您只须选择其中一个即可。

串口设置的两个方法如下:A、从开始菜单所提供串行口设置快速进入;B、从在线色谱 工作站中的系统设置中进入设置(要求在不采样情况下)。如下图 6

现在您就可以选择您所使用的串行口1或串行口2,然后单击确定(OK)。

注意:您更改了串行口以后必须关闭程序,然后重新运行在线色谱工作站。



# 2.2 N2000 在线色谱工作站基本操作步骤

第一步:开机进入工作站:点击桌面开始采单,拉出如下图所示程序采单,点击 N2000 色谱工作站下的串口设置图标,设置串口。然后再点击在线色谱工作站即 可进入工作站。



第二步:打开通道,编辑实验信息,根据您的需要,输入相应的**实验标题、实验者、实验 单位、实验简介**,另外工作站还自动给出实验时间和实验方法。如下图6所示: 第三步:编辑实验方法:点击方法,依次设置采样控制、积分、组分表、谱图显 示等。

如果您是第一次使用,您可以根据您的实际情况,结合工作站给出的缺省方法进行修改, 然后另存为一个**方法文件(。mdy)**。下次只要重新打开这个**方法**(参见第四章相关章节)就可 以了。具体操作按下图所示:

图	6
<u>「日本」</u> 又能信意 <u></u> 亦注 家態示集	
実施物類に	$\checkmark$
采服人姓名: 采输时间:1000-10-15	
実施学校に	
使用方法:C:Uroquan Files\浙江大学智能信息工程研究所\82000色描工 实验资介:	
新聞神道が新聞: 他を見得み、50g、市時度上注意がおう日子100の年齢度、目音 1.gg/5月時期C50522日日時時まだは、同時度度 成果なり、11年6月6日、子行時に発行。	
计量过程时,除于某些人们。并且于1000年度,也可以是当时是一种可以是1000年度。2000年度。 计量2010年间,除于长期20、1000年度,为此于1000年度期。用于1000年间的2000年度。 新生产的1000年间,除于长期20、1000年度,有些十分1000年度期。用于1000年间,2000年度,1000年度	THER THE REFR.
RENT Provinsental Powers	##結果的(mail: 30.0 P 采用結果自動物分 P 采用結果自動物分 P 死用結果自動物分 P 死用結果 P 死 子 P 死 指 P 死 子 P 死 形 P 死 形 P 死 予 P
	文师崔存方式 「 回助某要請
	○ 単現方式-新聞+11期+11期・11期 ○ 美的方式
	6 日本方式-前田-計畫
<u>強体用</u> 方法 <u>東東宋集</u>	
世現完集保存期役     取用結果的別(soul)1 30.0     日本経営存置後、     日本経営存置後、     日本経営存置後、     日本経営存置後、     日本経営存置後、     日本経営存置後、     日本経営存置後、     日本経営技     日本経営技     日本経営支     日本     日本	
194 (明末 🔍 🥂	
e#### [把步 ] 出行来] 國形性言] 刻色编辑[ 台灣學作]	
	▲ 报告 系统设置 窗口 帮助
品在为	
保存在 (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)	▲ 日本
● 牧王印-法 . std	验信息 方法 数据采集
文神名(8) 校正日-(21.at) (保存(5)) 保存(21) (Fat) (原用)	

### 接下来您便可进行数据采集了。点击**采集数据**,如下图所示:

浙江大学智能信息工程研究所

😪 浙江大学

#### 第四步:采集数据

- 1)如果您只想采样,一共有四个方法供您选择: 最简单的方法是按下相应通道的遥控开关;
  - 第二个方法应该是用鼠标单击右上角的相应通道的采样按钮。



第三个方法是:单击数据采集菜单,再单击谱图监视窗口右边的采集数据。 第四个方法是:按热键 F5 键(通道1) F7 键(通道2)。

2)当您设置的停止时间到了,或在您单击停止采集时,工作站就自动将谱图及实验信息保存在依照您设置的文件保存方式而生成的 ORG 文件和相应 DAT 数据文件里,并弹出一个对话窗口提示您。当您不需要保存谱图时,您只要单击**放弃采集**就可以了。
 3)如果您想先看看色谱仪输入的信号,您在先单击数据采集按钮以后,再单击图 1-31 中查看基线按扭即可。





4)如果您想测试一下色谱信号的斜率,您可以单击图 1-31 所示的**斜率测试**按钮,工作站即自动弹出一个窗口,告诉您斜率测得值结果,并提示是否需要采用。您只要用鼠标选择一下就可以了。

5) 您看到的谱图监视窗口右边还有**电压范围、时间范围**等按钮,如图 1-31 所示。这是为了 方便您将谱图看得更清楚一些,您需要哪一个功能,只要单击相应按钮并输入相应数值即可。 2.3 标准操作步骤

2.3.1 简单的 N2000 色谱工作站应用分析操作步骤

当你进行色谱实验分析时,请按以下顺序操作:

2.2)节第一、二步操作进行 N2000 工作站。点击图 1-31 所示的查看基线,观察色谱仪基线,待基线走稳,调整色谱仪的零点,使数据采集监视窗中的输入电平值在 5000uv 或 0uv 附近。

2.将试样注入色谱仪,同时按下**采集数据**按扭(或按下摇控开关),可看到 谱图窗内画出色谱图。

😪 浙江大学

3. 分析结束即峰出完后,按下停止采集按扭。

2.3.2 面积归一法

1. 分析前的准备

1). 色谱主机调零, 使监视窗中的输入电平值在 5000uv 或 0uv。

2). 点击**采样控制**,设置采样结束时间(自动采集停止时间)、文件前辍、数据 采集保存路径、采样结束自动积分及自动打印报告。

注:一般情况下,初次进样分析,色谱分析报告可不打印出来,则应在采样控制中取消采样结束自动打印 报告一项。

2. 进样分析

1). 由通道窗口中选择方法,选择积分中的面积和归一法选项,在积分参数表中 编辑适当的参数。

- 2). 设置采样结束自动打印报告一项及文件前辍方式。
- 3). 设置谱图显示。
- 4)。设置报告打印选项。
- 5). 色谱仪进样,同时按下摇控开关。
- 注:可同时操作两个通道。
- 6). 峰出完后,点击**停止采集**按扭,即分析结束,系统会自动打印出实验结果。
- 2.3.3 非面积归一法(已知校正因子)
- 1. 分析前的准备
  - 1) 6) 同面积归一法,只是不要打印报告一项。
  - 7). 点击方法,选择组分表一项,编辑已知校正因子的 ID (组分)表。
- 2. 进样分析
  - 1). 由"方法"中选定适当的定量方法,调出刚进样所采集的谱图文件。
  - 2). 根据样品设定积分参数表。
- 重复1.分析前的准备1)-6)步操作。
- 2.3.4 非面积归一法(未知校正因子)
  - 1. 分析前的准备

1). 准备好有关的标准样品。若仅用单点校正,则准备一个标样;若使用多 点校正,则准备多个各组分浓度互不相同的标样1#、2#、.....N#。

2) - 7) 同非面积归一法(已知校正因子) 步骤 1) - 6)。

2. 校正分析

1). 由积分中选择面积外标法或其它适当的定量非归一方法。

2). 进1个(或N个)标样,并按下摇控开关。

3). 点击校正按扭, 当系统跳出校正窗口时, 点击组分含量, 输入相应的各 组分含量。

4). 点击**加入标样**,选择刚采集的标样谱图文件,并打开即可。

- 5). 要多点校正,请重复2)-4)步,直到你点击校正完毕。
- 6). 查看校正曲线和校正因子。

7). 点击另存按扭, 将这一操作步骤保存为一方法文件(. MDY); 以便下 次做同一样品分析时调用。

- 3. 分析未知样品
  - 1) 设置合适的积分参数表。

. 将未知样品注入色谱仪, 待谱图走完后, 按下**停止采集**。

😪 浙江大学

第三章 N2000 型色谱工作站的有关概念

#### 3.1 本工作站需用到的部分色谱专业术语

- 3.1.1 色谱图的有关概念
- 色谱图:色谱柱流出物通过检测器系统时所产生的响应信号对时间或者说载气流出体 积的曲线图
- 色谱峰:色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生响应信号的微分曲线。
- 基线:峰的起点与终点之间所连接的直线
- 峰高:从峰的最大值到峰基线的距离
- 峰宽:在峰两侧拐点处所作切线与峰基线相交两点之间的距离
- 半峰宽:通过峰高的中点作平等于峰底的直线,此直线与峰两侧相交两点之间的距离 峰面积:峰与峰基线之间的面积
- 3.1.2 峰处理参数

色谱峰检测.基线漂移的修正.峰起落点的确定、分割分离不完全的峰.测定峰面 积等谱峰处理,都是根据设定的峰处理参数(如峰宽、斜率、漂移量、最小峰面积、时 间变参、时间程序表及积分事件表)等进行的,其有关概念见下表:

参数	单位及范围	功能与说明
峰宽	0~50(5)秒	删除峰宽比设置值小的峰 , 过程如同筛子
		以最小有效峰的半高处的宽度为依据来设置 , 最小半峰宽 , 可
		从谱图显示处估计该设置值。
斜率	0~99999.99 (70)	峰检测灵敏度,用于确定峰的起点与终点
	(微伏/分)	
最小峰面积	0~99999.99 (100)	删除面积(峰高)比设定值小的峰,用于删除分析过程中面积相
	(微伏・秒)	对较小的不相关峰(如仪器噪声)
漂移	0~99999.99 (0)	确定基线变化程度,实现峰面积的自动分割
	(微伏・秒)	置"0"则进行自动修正
时间变参	0~2000(0)	依据色谱峰的峰形规律,在到达设定时间后,斜率减半.峰宽加
	(分)	倍,置 "0"根据峰宽与实际峰形的关系,自动改变,如不想使用则
		设置一个比停止时间大的值
锁定时间	0~99999.99 ( 0 )	删除分析开始至锁定时间之间的峰,主要用于删除分析开始的
	(分)	一段时间内出现的空气峰,溶剂峰,负峰等不相关峰
样品量	0~999999.99(100)	分析样品的重量,不能置零,对非归一法有效

注:表中括号内数据为系统默认值。

#### 3.2 色谱处理的相关概念

3.2.1 数据采集:在采集数据的过程中,分析仪器所输出的信号在采集器中由模拟信号转 化为数字信号。数字信号传送到 N2000 色谱工作站并保存在信号数据文件中。

3.2.2 积分:积分是从信号曲线上确定峰并计算其大小。积分是定量计算必不可少的。N2000 色谱工作站积分时,先是辨别每一个峰的开始及结束时间,并用"|"符号标记这些点,同 时寻找这些峰的顶点,确定保留时间,建立基线,计算峰面积、峰高及峰宽。这些过程由积 分参数表、时间表、手动积分事件表控制。

在实际运行中,色谱工作站常常必须处理非常复杂的色谱问题。在一次运行中,峰的大 小可能变化很大,而且峰经常是以很小的浓度出现。系统噪声,漂移等干扰会影响工作站用 来计算峰面积和高度的基线,最终会导致色谱过程难以完全将峰分离。只要有可能,就优化 色谱分析方法来产生分离效果。当由于某些原因而难以做到时,色谱工作站必须处理复杂峰。 因此,我们知道峰的积分是一项复杂的工作,尽管我们浙江大学智能信息工程研究所的 增强型智能算法尚不能对极差的色谱峰完全补偿,但我们的 N2000 型色谱工作站能够克服 噪声、漂移和峰的不完全分离等问题,并从较差的色谱图中获得可重复的结果。

3.2.3.定量:使用峰面积或峰高来确定样品中化合物的浓度,包括以下过程:弄清并鉴别您所分析的化合物;建立分析含有这种化合物样品的方法;分析含有已知化合物浓度的 一个或几个标准样品,以获得该浓度下的响应,并计算出响应因子;分析未知浓度的化合物 样品,以得到未知浓度的响应;将未知浓度的样品与标准样品进行比较,并利用标准样品的 校正因子来确定未知样品中化合物的浓度。

为了获得未知样品响应与标准样品的有效比较,必须在相同的条件下采集和处理数据。

3.2.4. 校准:校准是通过进样分析指定的准备好的标准样品,来确定计算绝对组分浓度的响应因子的过程。

重复次数:同一浓度的标准样品平行进样的次数

校准点数:由一个校准不同样品浓度的校准点组成。

标准样品:也叫校准样品或标准混合物,是含有用于定量的已知数量的化合物样品。标 准样品可从国家标准试剂供应商处买到。

标准曲线:是从一个或多个标准样品中获得的化合物的数量与响因数据的图形表示。

3.2.5 . 报告: 报告包含所分析样品的质及量的信息。报告可以直接打印, 或在屏幕上显示, 报告可包括运行中所测峰的详细信息及所得的信号图。

3.3 本工作站的特有概念介绍:积分方法、组分表、谱图、ORG 文件、MDY 文件、

DAT 文件、手动积分事件表等。

🐼 浙江大学

3.3.1 . 方法(.MTD 文件)

方法是指控制工作站对色谱仪的信号进行显示、采样保存、分析计算、打印、同时记录 试验条件的一个程序,包括采样控制、积分参数、组分表、谱图显示控制、报告编辑格式、 仪器条件等。

本工作站所用的方法有三类:贮存方法、缺省方法、现用方法,扩展名为.MTD

针对不同的样品设置相应的方法,可以使您更准确更快速更方便地进行样品测试,并真 实地记录样品的实验条件。所以,在日常的操作中应养成良好习惯;即取一个简单直观的方 法文件名并及时地保存修改过的方法。

N2000 工作站文件系统结构图



3.3.2.组分表(即 ID 表)

工作站组分表就是用来鉴别峰,判定组分名称,进行非归一法计算时的依据。 3.3.3. 谱图 DAT 文件

😪 浙江大学

即只包含色谱数据信息的文件,与原N型和UPPER色谱工作站兼容。

3.3.4. ORG 文件

原始处理数据文件,除了谱图数据以外,还包括实验信息与样品分析方法、仪器条件、 积分及定量计算结果、结果报告等信息。这是只可查看不可编辑的二进制文件,因而可确保 结果的原始性,符合 ISO9000 系列及美国 GMP 认证规定。后处理时不许对其进行修改, 修改后保存为 MDY 文件。

3.3.5 . MDY 文件

对原始处理数据(ORG文件)进行修改后保存的文件。

3.3.6. 实验日志

即您利用本工作站时对方法的操作、数据的采集等在线工作站的自动记录。

可记录整个系统的运行情况,包括方法的建立、保存、另存、加载、实验数据的采集及 文件的保存。

3.3.7.手动积分事件表

即您对谱图手动画基线等手动积分事件的集合。

3.4 本工作站通用的文件操作方式

- 1. 方法的加载:从磁盘中调入一个已有方法到内存中,作为现用方法处理色谱数据。
- 2. 方法的保存:将内存中正在使用的方法以加载时的文件名保存到磁盘中,以免因 调用其他方法或突然停电而将修改后的方法丢失。
- 3. 方法的另存:将内存中正在使用的方法作为另一个文件名保存到磁盘中。
- 4. 方法的缺省: 将工作站内置的方法调出作为当前方法。
- 5. 谱图的打开:从磁盘中调入一个已有的谱图作为当前对象进行操作,打开之前可 以在打开谱图的下方小窗口进行预览及放大。
- 6. 谱图的保存:将当前内存中的谱图以另一个文件名保存到磁盘中,需要选择或者 输入一个文件名,保存的扩展名为 MDY。

3.5 本工作站通用的谱图操作方式

1. 谱图的放大:在谱图窗口内,按住鼠标左键,从左上到右下选一个区域,放开鼠标, 所选区域即被放大至全窗口。

2. **谱图的缩小**:与放大的操作步骤相反,即在谱图窗口内,按住鼠标左键,从右下到 左上拉一个区域,放开鼠标,谱图即还原回被放大前的全窗口。

3. **谱图的拖动**:即在谱图窗口内,按住鼠标右键,任意移动鼠标,即可将谱图的其他 部分显示在窗口内。

4. 选择一个色谱峰: 按住 shift 键, 用鼠标在谱图上点击所需要的色谱峰, 然后再点击插入, 工作站自动给出相应的保留时间, 以方便您进行组分表的编辑。

5. 选择一个时间段: 按住 shift 键, 用鼠标在谱图上拉出所需要的时间范围, 在编辑时间程序表时用。

6. **谱图的全量程显示**:以最大的峰高为纵坐标,将谱图的所有峰都显示在窗口内。工 作站默认为本选择。

7. 谱图的自动显示:即工作站根据谱图的实际情况,自动选择一个最佳的电压作为纵 坐标,以美观的格式显示谱图,方便您的操作。

8.范围不变:即工作站强制以您设置的电压范围和时间范围显示谱图。

●浙ジ大学

新浙江大学

# <u>第四章 N2000 在线色谱工作站系统介绍</u>

N2000 色谱工作站是在原 UPPER 色谱工作站基础上,由本研究所自行开发的基于 WINDOWS 操作平台、具有友好操作界面的色谱分析应用软件。本章节我们将对 N2000 在 线工作站进行详细介绍。

#### 4.1 概述

N2000 在线色谱工作站包括一个主菜单、一个工具栏及弹出对话框;本工作站是双通道的,因此你可以连接两台色谱仪同时打开两个通道。N2000 在线工作站系统界面如图 4-1 所示:

↓ #2010在线色谱工作站	
方法 想針 系统设置 智口 報助	
□ 22 11 C2 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12	
「連調     実验信息   方法    数据采集	
实5 实验标题: 本5	
实验计问:2000-11-16	
2001 实验单位; 实验	
使用方法:缺省方法	
头面面力:	

图 4 - 1

#### 4.2 主菜单

**4.2.1 主菜单**:包括方法、报告、系统设置、窗口及帮助四个菜单项。如图 4 - 2 所示:

新聞書 茶師信息 <u>方法   教養宗集</u>		] 政策采集]
实验标题: 「 实验人姓名: 」 实 实验师位: 「 使用内估: 缺语内估 实验简介:	注於印题:2000-11- 実施有数: 実施開始: 原用内陰:映写方 実施開介:	978000000 2000-

图 4 - 2

**4.2.1.1** 方法菜单:主要用于对进样操作方法(关于操作方法的定义请参见)进行选择。 拉开方法菜单,你可以看到缺省、打开、保存、另存四个菜单选项。如图 4 - 3 所示:

- 0 -

新江大学

12000在线色谱工作站	₩ 12000在线色谱工作站					
方法报告系统设置窗口		方法	报告	系统设置	窗口	帮
打开 Ctrl+0 保存 Ctrl+S			编	辑 <sup>W2</sup>		P
另存 Ctrl+A 另存 缺省 Ctrl+D		缺省	顶打	宛 Utrl+Al 印 Ctrl+P	Lt+r	山村
		-				

图 4 - 3

打开:用于打开已经存在的操作方法,其热键为 Ctrl+O。点此项你将看到如图 4 - 4 所示的对话框。

打开					? ×
搜寻(I):	🔁 N2000色谱工作站	•	<b>E</b>	2 📩	
DemoDat 示样 标样 通代品 圖Chanel0.mtd 圖Chanel1.mtd					
文件名 (M): 📗				打开(	0)
文件类型 (I): 🖡	. mtd		•	取消	i

图 4 - 4

在此对话框中,你可以打开试验所需要的操作方法。从图中,我们可看到系统所默认的方法 Chanel0.mtd。你也可打开你所需要的操作方法,只要你找到所保存方法文件的正确路径即可。为让你便能熟悉地操作该对话框,有必要具体介绍一下。

窗口(对话框)的标题(打开)栏最右边设置了两个功能按扭: **?**(帮助) 和 (关闭)。

김 :点击此按扭 , 你将获得系统提供的帮助。点击 了 , 系统将鼠标 🗟

变成<sup>《</sup> ; 鼠标后将带上一个问号标记, 表示你要从系统获得帮助; 剩下的你只须在有疑问的地方用鼠标点击即可, 具体操作可参见如何获得系统帮助。

🔟 : 点击此按扭,你将关闭打开对话框,回到 N2000 在线系统。

	搜寻(I):	🔁 N2000色谱工作站		ف 🖻		
	对话框的第二档	(搜寻栏)设置了六个	L目按打	丑:下拉 <b>、</b>	」、 <sub>上移</sub> 国、	查
看桌	面团、新建文	<sub>件夹</sub> 画、 <sub>列表</sub> 画、详	细资料	Ħ		
J	] : 通过此工具	<b>具选项,你可以找到所需</b> 的	的保存家	实验方法的	)路径,如图 4	- 5

所示,其功能相当于一层或多层的下拉出菜单。

@淅沙大学



你可以通过拖动矩形条进行搜寻所需要的路径。

:你也可以通过此工具按扭进行路径查找,其作用相当于一层层上移寻找路径。

1 : 点击此项,你可以查看整个电脑桌面,如图4-6所示。

搜寻(L):	◎ 桌面	•	💼 🙋	1 🖻 🔳
■我的电脑				
□ 〇 花的又档 □ ▲ 花的父童(	۵ <u>.</u>			
☆快捷方式	我的文档			
1		N		
文件名(M):		15		打开(0)
文件类型 (T)	: *.mtd		<b>~</b>	取消

图 4 - 6

 武一工具按扭主要用于创建你所需要的新文件夹,新建文件夹的具体操作如图 4 - 7: 發导(E): 3 \$2000色谱工作站 ٠ 🗈 💋 🛱 🖽 📼 Denolat ]标样 点 击 ]祥品 后 ..... Chanel0.atd 開催に 文件名 (0): 打开(1) 井英型 (1) 单. mtd . 取消 · 🗈 🖄 🗂 🖽 🖽 **登寻(D)**: 382000色谱工作站 Desolat 一伝祥 在这输入新文件夹名称 祥品 Chanel0 atd 打开(0) 文件名 (D): [ 交件供载 (I): ▼. atd . 取消

浙江大学智能信息工程研究所

浙江大学

#### 图 4 - 7

■和■:这两个コ	具按扭用于对搜寻	路径文件)	及文件夹进行列表、	、详细说明。
搜寻 (I): 🛛 🔂 N	2000色谱工作站	• 🗈	🙋 🖻 🔳	
名称	大小 类型		修改时间	
🗋 DemoDat	文件夹		00-10-30 10:32	- 
_ 标样	文件夹		00-10-30 10:32	
│ 祥品	文件夹	N	00-10-30 10:32	细按扭
📓 ChanelO. mtd	2KB MTD 文件	6	00-11-16 20:44	后
4				
文件名 (11): 「			打开(0)	
文件类型(T): *.mtd		-	- 1 1111111111111111111111111111111111	
		_		
搜寻 (I): 🛛 🔂 🕅	2000色谱工作站	•	🜌 📑 🔳	
DemoDat				
一样品			C	
ChanelO.mtd				点击列表
				后
	2		S	
	r\\			
文件名(20):			打开(0)	
文件类型 (T): ★ m+d			- - - - - - - - - -	
service en printe			48.18	

另外对话框中还设计了文件名和文件类型两项标题栏。 保存:用于保存已经修改好的操作方法 Ctrl+S。

另存:用于保存已经编制好的操作方法 Ctrl+A,点击此菜单项将跳出下述窗口。

>> 浙江大学

另存为				? ×
保存在 (I):	अ2000色谱工作站	•	<b>E</b> 💆	1 🖻 🔳
DemoDat				
M LhanelU.mtd				
, 文件名(N1) [				(4) (4)
保存类型(I):  *	4. mtd		•	取消

另存菜单选项的具体操作用法与打开菜单一项相同,在此我们不再进一步介绍了。

缺省:用于打开本软件系统所默认的操作方法 Ctrl+D,只需点击这一菜单项,系统自动会将使用方法转为默认方法。

**4.2.1.2** 报告菜单 :用于试验报告进行编辑和修改等操作。拉开此菜单项你可以看到编辑、预览、打印三个菜单项 , 如图 4-8 所示。

2/ 11								
	🙀 🛙 2000在线色谱工作站 - [通道1]							
<b>1</b>	方法	ŧ	报告	系	统设置	窗口	帮助	
1 -	2		续	辑			12	Æk,
<u> </u>		ŀ	预	览	Ctrl+A	Lt+₽		8
」缺:	省	Ŧ	打	ED	Ctrl+P		预览	打印
				S 1	5121	100 - 0 44		

编辑:用于对试验报告进行编辑。

■ #2010在线色谱工作站 - [講道1]	
🏰 方法 振音 系統設置 智口 新助	_ 8 ×
	III III 21 III III III III III IIII IIII
<u>R</u>	
根告内容   講問显示	
「「「「「「」」の「「「」」の「「」」の「「」」の「「」」の「「」」の「「」	
	·
構図変度(%) <sup> 00</sup> 量	
通图高度 (s) 37 -	
采样控制 积分 組分素 講图显示 視告編輯 仪器条件	
	浙江大学智能信息工程研究所

如何编辑实验报告详细情况参见 4.4.5 报告编辑窗口一节。

预览:主要用于对编辑或修改好的实验报告进行预浏览,其热键为 Ctrl+Alt+P。

打印:用于试验报告的打印输出,其热键为 Ctrl+P。

**4.2.1.3** 系统设置菜单:主要用于对工作站与计算机信号输入及输出之间的串行口位置的设置,同时你也可在此对数据采集频率进行设置。它包括两个采单项:串行口和采集频率。 如图 4-9 所示:

浙江大学





图 4-9

图 4-12

串行口:此菜单项可以对你所拥有的工作站与计算机所联接和串行口进行设置和更改。 点击此项,系统将弹出一窗口,如图 4-10 所示:

数据输入设置	×
┌串行口选择────	
● <u> 第行□1</u>	🗸 ок
○ 串行口2	

图 4-10

采祥頻率	×
采样频率	OK
● 每秒10个采样点	Cancel
€ 每秒50个采样点	

图 4-11

采样频率:你可以在此对采样频率进行调整设置。点击该菜单项,你可以看到如图 4-11 所示对话框,

**4.2.1.4** 窗口菜单:主要用于对采样通道进行打开、调整等操作。拉开此菜单你可以看到水平、坚直、通道1、通道2四个菜单项。如图4-12所示。

窗口帮助	
水平 竖直	<b>\$</b>
通道1 F3 通道2 F4	= \$p
图 4-12	

State of State of State of State		
wanter of	Calanda and an	
PRINT.	A REAL PROPERTY.	
##13.##13 28#**		
		_
TABLE NO.   BARNE	H	
2348		
25:05:	260 00 10	
USAD USAD READ DESIGNATIONALIS DESIGN	The second secon	+

创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页 浙江大学智能信息工程研究所

第 28 页 共 86

新河大望

水平:点击此项,系统将已经打开的两个通道水平排列。如图 4-13 所示: 坚直:点击此项,系统将已经打开的两个通道坚直排列。如图 4-14 所示。

SAME SAME SAME SAME SAME SAME SAME SAME



通道 1: 点击此项, 你将打开采样通道 1, 其热键为 F3。 通道 2: 点击此项, 你将打开采样通道 1, 其热键为 F4。

**4.2.1.5** 帮助菜单:主要用于对软件所有权进行说明。点击此项菜单,你将看到一关于软件 所有者进行说明的对话框,如图 4-15 所示。



#### 4.3 工具栏



N2000 在线色谱工作站主菜单之下设计的是工具条一栏,如图 4-16 所示。包括十六项:

- 4.3.1 缺省工具条 📷 :作用与方法菜单中缺省项相同。
- **4.3.2** 打开工具条 <sup>打开</sup>:作用与方法菜单中打开项相同。



Ø.

**4.3.3** 保存工具条<sup>保存</sup>:作用与方法菜单中保存项相同。

浙江大学



実验日志 🛛
2000-11-17 10:09:04:通道1采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 ▲ 2000-11-17 10:09:37:通道2采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:19:02:通道1采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:19:38:通道1采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:20:17:通道1采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:20:59:通道1采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:21:06:通道2采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:21:55:通道2采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:21:55:通道2采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究 2000-11-17 10:22:35:通道2采集样品数据,保存在C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究
Cancel

#### 图 4-17

此窗口主要功能是:它将你每次实验所做的事件贮存起来,以便以后查看。

#### 4.4 采样通道窗口

我们以通道1窗口为例进行介绍。

浙江大望



通道窗口包括实验信息、方法及数据 采集三个功能栏。

实验信息包括实验标题、实验人姓 名、实验单位、实验简介、实验时间、 使用方法;其中前四项是根据实验需 要进行填写的

- 4.4.1 实验信息:我们先对实验信息一栏进行介绍。如上图所示.
- 4.4.2 方法:在这我们将介绍方法一功能栏,如图 4-18 所示:

1111 N验信息 方法 <u>教</u> 服采集		方法功能栏包括采样控制、积分、组
采標誌東助司(min): 30,000 P 未样結束自助税分 P 未样結束自助約印報告 文件保存方式 C 自动方式-訪選+日期+助司 C 手动方式-前提+計数	数据采集保存器经 标样保存器径。 「Program Files\浙江大学習 杯品保存器径。 に「Program Piles\浙江大学 」 「自动演算紙 基地文件。」	分表、谱图显示、报告编辑及仪器条 件。 而采样控制又包括对采样结束时间、文 件保存方式、文件前辍、数据采集保存 路径及基线的处理几项功能。在这你可
<b>刘叶杨晓</b> : <b>百</b> 百		以根据实验所需进行编辑。 
采样控制 租分 雄分素 攝图显示	「相告場場」 (公務条件)	
图 4-1	8	

4.4.2.1 先介绍一下采样控制:

☑ 采样结束自动积分 :这一栏用于控制实验积分的方式。划√标记表示实验采样 结束后系统积分自动完成,得出我们实验所需的结果。否则实验结束后将需要你进行手动积 分计算出结果。这可以根据实验的需要进行积分方式的选择。

☑ \$¥4结束自动打印报告 :划✓标记表示实验采样结束后系统自动打印实验报告,得 出我们实验所需的报告结果。否则实验结束后将需要你进行离线数据后处理才能打印得出实 验报告结果。这可以根据实验的需要进行报告打印方式的选择。

副浙江大望

#### N2000 色谱工作站操作说明书



11.50  47.5				
CONTRACTOR	net in	##	件品重量	PERA
THUE	•	76_800 Lg	200.1000	21804
etititaiai (475	(0)	12	28	3107

**4.4.2.2.1** 积分参量的选择:系统提供了两种方法可选择,你必须根据实验所需将积分参量设置为面积或高度方式。

- 1177 多重	10000000	
の茶知	⊙ 归一法	○ 外标法
·• 山尔		
	○ 校正归—法	○ 指数法
		0.00000
○ 局度	○ 内标注	
	* F 9101A	

**4.4.2.2.2** 积分方法的选择:在这我们将实验方法设置为归一法、内标法、外标法、校正 归一法及指数法六种积分方法,以供你根据实验田所需进行选择。

**4.4.2.2.3** 积分参数的选择:在这你可以对峰宽(s)、斜率、样品重量、最小面积(uv\*s)、时间变参(min)、锁定时间(min)及漂移量进行选择性设置。

浙江大学

#### N2000 色谱工作站操作说明书



为了便于积分参数的介绍,有必要对本工作站所需用到的相关概念作一介绍。 A **处所指为积分参数表,其**相关概念如下表所示:

参数	单位及范围	功能与说明	
峰宽	0~50(5)秒	删除峰宽比设置值小的峰,过程如同筛子	
		以最小有效峰的半高处的宽度为依据来设置,最小半峰宽,電	
		从谱图显示处估计该设置值。	
斜率	0~99999.99 (70)	峰检测灵敏度,用于确定峰的起点与终点	
	(微伏/分)		
最小峰面积	0~99999.99 (100)	删除面积(峰高)比设定值小的峰,用于删除分析过程中面积相	
	(微伏・秒)	对较小的不相关峰(如仪器噪声)	
漂移	0~99999.99 (0)	确定基线变化程度,实现峰面积的自动分割	
	(微伏・秒)	置"0"则进行自动修正	
时间变参	0~2000(0)	依据色谱峰的峰形规律,在到达设定时间后,斜率减半.峰宽加	
	(分)	倍,置 "0"根据峰宽与实际峰形的关系,自动改变,如不想使用则	
		设置一个比停止时间大的值	
锁定时间	0~99999.99 ( 0 )	删除分析开始至锁定时间之间的峰,主要用于删除分析开始的	
	(分)	一段时间内出现的空气峰,溶剂峰,负峰等不相关峰	
样品量	$0 \sim 99999999999(100)$	分析样品的重量 不能置零 对非归一法有效	

注:表中括号内数据为系统默认值。

B 处所示为时间程序表,其具体操作如下:

并插入 : 当需要在中间时间段进行锁定、拖尾标记等操作时,用此功能按扭。

删除:当插入的时间程序不正确时,可用此功能按扭进行删除操作。

⑧修改 : 当插入的时间程序表不正确时,你也可用此功能按扭进行修改操作。

点击以上三个选项当中的一项都会跳出如下图所示对活窗:

把下面参数加入时间程序表吗?	×
起始时间 终止时间	<b>∕</b> oĸ
峰宽 2 斜率 2.5 漂移 0	<u></u>
最小面积 100 时间变参 0	🗙 Cancel
□ 锁定标记   □ 拖尾标记   □ 保持标记	

创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页

浙江大学智能信息工程研究所

副浙江大望

#### 4.4.3 组分表的编辑

<ul> <li>二二回</li> <li>二二回</li> <li>二三回</li> <li>二三回</li></ul>
10-107
10.100
M107
18
NULLY IN
4 全要用
C 8858

组分表的编辑好坏对于除归一法之外的积分方法积分结果表是相当重要的,在此我们 详细介绍如何编辑组分表。一般组分表包括三部分:组分名称列表、谱图及功能按扭。

在编辑组分表前你必须先调出一个已存在系统中的谱图数据文件,这需要你点击

*****		
AND AND AND ADDRESS AND ADDRES	- + 0	
Description were the first		
In President (Construction of the Construction	21	11 4F 400
/ 時 /		1

图 4-19

你只需按你刚开始在采样控制中所选择的谱图文件保存路径,找到你实验所需要的谱 图数据即可并点击 OK。打开一个谱图后,系统便在谱图栏中显示。如图 4-20 所示:



图 4-20

#### 注:在这打开谱图并没有参与积分校正,在作校正时还得重新加入标样.

接下来便可以进行组分表的编辑了。为此我们介绍功能按扭:

★ 插入 : 此功能按扭用于插入一个组分峰名操作。先按住 SHIFT 键,再用鼠标 点击所需要的峰谱图,系统将用黄框框住你所选择的峰,以示标记。如图 4-21 所示:

副浙江大望



系统将跳出一对话窗口,如图 4-22 所示:

ŭ	清输入组分:		×
	组分名: 峰保留时间: 时间宽度: 时间宽度:	I	<ul><li>✓ 确定</li><li>★ 放弃</li></ul>
	<ul> <li>● 绝对数值</li> <li>● 相对数值%</li> </ul>		
	因子1: 0.0 因子2: 0.0 □ 内标峰 内标物量: 0.0 含量: 0	0.0	

图 4-22

在此对话窗口中,输入组分名、峰保留时间(出峰时间)时间宽度。对于时间宽度输入方式你可有两种选择:绝对和相对数值。如果你所选择的是内标法,还得做上标记,输入内标物量与含量,如果知道因子,你还可以先输入校正因子。做完后,你必须确定你的输入或选择。

計删除:此项用于对已插入的峰组分进行删除操作。

遂修改 : 此项用于对已插入的峰组分进行修改操作。如图 4-23 所示,点击你要
 进行修改的组分峰,系统将跳出一对话窗口,如图 4-24 所示:

	組分名: □ 峰保留封词: 9.238 时间宽度: 0.117 田间宽度输入方式 ・絶対数値
图 4-23	图 4-24

根据你的需要进行修改后,请确定你的输入系统才接受。

全选: 对于已打开的谱图数据文件,通常我们全选其组分,然后根据实验的实际所需进行峰组分名的选择。点击这一项,系统将全部谱图峰选取,如图 4-25 所示:

浙江大学



选择好所需要的峰后,点击采用 按扭,系统将跳出提交成功窗口。如图 4-26 所示:

Online 🗶
提交成功!
OK
图 1 76

🚾 谱图 🔄 : 在在线工作站中 , 只能是在这调出谱图数据文件。

▶ 校正: 一旦你编辑好了组分名,如果是非归一法,那么你要么输入已知的校正 因子,要么点击这一按扭,进行因子校正操作。点击此项,系统将跳出如图 4-27 所示的对 话窗口:



图 4-27

如何进行因子校正,请参见因子校正一节。

(这一菜单按扭用于系统接受你的修改操作。无论你在何处见到这一标志,你都须点击它,否则系统将不理睬你的任何输入。
😪 浙沙大学



图 4-28

4.4.4 谱图显示设置:这一功能项主要用于对谱图,尤其是用在报告编辑中谱图输出的设置。

(4:1) FO.52. (7:170.058)	(man)	展示調査	
一根大值;	00.0	1/40523 (1/0-10)	ALAR PR. 151
100-t-(00 t	0.0		1 22.85.05.00
		11.821-5322	
#1:+:0X+	800.0	(*************************************	CT MARKET Date
400-1-100	0.0	(* 00.00000000)	(二) 索里
1		< ##00.001	(二(洗注释)
			21

时间显示范围:时间显示的最大和最小值,你可随意设置;但系统数据采集最大时间不超过两小时,最小值不得为负。

电压显示范围:最大和最小值,你也可以随意设置;但系统检测最大范围为-5~12mv。

显示颜色:你可在这对谱图所显示的颜色进行选择性设置。 注释内容:你可在这对显示于谱图上的具体内容进行选择。

会浙江大学

4.4.5 报告编辑:





报告编辑包括谱图显示.谱图尺寸.实验信息.报告内容.页眉/页脚的设置。 在这你可以定制报告所需的内容。

为了方便用户将分析结果按不同需要而打印出来,我们设计了编辑报告菜单。用户只须 点击报告编辑按钮,如图 4-29 所示,可以看到窗口右侧是实际的报告预览情况,您可以根 据需要选择左边的报告内容、谱图显示、实验信息、谱图尺寸、页眉页脚等,并可实时看到 修改后的报告形状。

其中报告内容包含了实验报告上是否要显示积分方法、积分表、时间程序表、组分表、 积分结果等,如图 4-30 所示;



图 4-30

谱图显示包含了网格显示、基线显示、注释内容选项(包括峰名、峰高、保留时间、含量、峰面积和无注释),如图 4-31 所示;

☞ 湘ジナ学



图 4-31

实验信息则是一个关于是否需要打印实验人姓名、实验单位、实验日期、实验简介等的 选项,如图 4-32 所示;

備期尺寸 規名内容   満期显示   页碼/页輝 実验信息 P 実验之姓名  P 実验単位 P 実验日期 P 実验商介	ENO ERIAN RAPHELINE AL HIVER III MARIALIA MUTDERATION RETORIE
	8

图 4-32

谱图尺寸则是指您的色谱图占整个报告的比例,如图 4-33 所示;

総括内容   瞬間投示 前周/加約   実验也象 満面尺寸 適差元素(N)   一一一一一一 適差元素(N)   万一一一一一一	END AND COM REPORT OF A STATE
--	----------------------------------

创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页 浙江大学智能信息工程研究所

第 39 页 共 86

新浙江大学

图 4-33

页眉页脚中则可以将您输入的信息在每一页报告上显示并打印出来,如图 4-34 所示。



图 4-34

另外,窗口左上角还有三个按钮让您快速选择预览页的大小,并可上下翻页,如图 4-35 所示。

匹配高度
匹配宽度
✓ 50%
75%
100%
200%



🔍 🔤 : 此功能按扭作为放大预缆实验报告的作用。

💷 : 本按扭用于查阅预缆下一页实验报告。

💷 :本按扭用于查阅预缆上一页实验报告。

最后介绍如何输入您的仪器条件。

4.4.6 仪器条件的输入

本工作站根据不同的色谱分析仪所需条件而设计了此采单。您可以从气相色谱、 液相色谱、离子色谱、毛细管电泳中选择一种仪器类型如图 4-36 所示:

@浙河大学

토육	检测器 进样器 柱退
()團編号	典型, FID ·
主英型	
主规格	教滅
此气洪型	氯气(al/ain)
此气流重 (al/ai	空气(al/ain)
莊梓黛(·L)	温度(℃)

图 4-36

然后您可以根据需要在相应的项目内输入您的实验信息。同理,在您 选择了检测器、进样器和柱温以后,全中文的信息提示会使您输入测试样品时的实验 信息时相当顺手。所有这些信息都将作为谱图结果的一部分保存在原始处理结果(即 ORG 文件)中。

到此为止, N2000 在线工作站基本功能已经介绍完毕了。

😪 浙江大学

# 第五章 N2000 离线色谱工作站操作说明



本章节我们对 N2000 离线色谱工作站进行详细介绍。

在软件开发设计时,我们将 N2000 型色谱工作站分为两大部分: 在线和离线工作站。对于离线色谱工作站,除了在线的数据实时采集 功能之外,在线所拥有的各项功能,在离线中都能找到。因此在这不 再进行介绍了。另外,离线工作站还多了手动积分和比较谱图两项功 能,而且你还可以将谱图、积分参数表、时间程序表及组分表、系统 评价等粘贴输出到其它软件进行报告编辑。我们在此将一一介绍。

## 5.1 定制报告

剪贴板的使用及文件的共享:单击剪贴板,选择结果表,可将您所做的分析结果通过 WINDOWS 的 粘贴功能送往任意地方,有了这一功能,我们可以进行自己的实验报告的定制。



现在我们定制一个简单的实验报告单:

第一步:设计报告表头,包括实验标题、实验单位、实验人姓名、实验时间、实验方法等。 如图 5-1 所示:

实验单位:北京天擎化工有限责任公司 实验时间:2000-12-14,9:05:14 谱图文件:D:\色谱工作站\新建文件夹\杀菌剂-0011-027-0280000.org 实验者:胡国华 报告时间:2001-01-03, 15 : 29 : 59 计算方法 : 面积外标法

使用仪器类型:液相色谱 仪器型号:DLC-20 柱温(CC):室温 柱型号:C18

实验内容简介: 方法简略 梯度方式:恒流

检测器:紫外

图 5-1

第二步:粘贴谱图,点击谱图按扭,拉出输出菜单,点击 WORD,将谱图输出到 WORD 文档中。如图 5-2 所示:



#### 图 5-2

第三步:点击粘贴板,依次将分析结果表、积分表、组分表输出到我们所定制的 WORD 文 档中。

♥>淅ジナ学

第四步:输出校正曲线,点击校正曲线菜单,输出校正曲线到我们所定制的 WORD 文档中。 如图 5-3 所示:





一个完整的实验报告如下页所示:

新浙江大学

#### N2000 色谱工作站

#### 液相色谱分析报告单

实验单位:北京天擎化工有限责任公司 实验时间:2000-12-14,9:05:14 谱图文件:D:\色谱工作站\新建文件夹\杀菌剂-0011-027-0280000.org 实验者:胡国华 报告时间:2001-01-03, 15 : 29 : 59 计算方法 : 面积外标法

使用仪器类型:液相色谱 仪器型号:DLC-20 柱温(CC):室温 柱型号:C18 梯度方式:恒流

检测器:紫外

实验内容简介: 方法简略



#### 积分结果表:

峰号	峰名	保留时间	峰高	峰面积	含量(%)		
	1	0.357	7 177.12	5 2803.2	2 0		
	2	1.598	8 6187.71	7 84666.48	8 0		
	3	1.873	3 2351.01	1 9657.12	1 0		
	4HQ	2.257	7 310900.	8 2321078	8 2.795		
	5	3.148	8 881.96	7 13327.28	8 0		
	6HL	3.657	7 583684.	1 5762320	5 11.384		
	7	5.265	5 3067.52	1 47368.2	2 0		
总计 组分表 :			907250.	2 8241220	5 14.1798		
组分号	峰名	保留时间	时间窗宽度	【斜率	截距	内标物重量	
	1HQ	2.257	7 0.29	2 (	0 0	0	
	2HL	3.582	2 0.	2 (	) (	0	

#### 积分表:

峰宽	斜率	漂移	最小面	积 时间参数	锁定时间	停止問	可间	样品重量
	5	5.833	0	1000	0	0	6.763	100.6
校正曲线:								





系统评价:

系统评价							
峰号	峰名	保留时间	半峰宽	理论塔板数	分离度	拖尾因子	不对称度
1		0.357	0.255	10.838	0.000	0.960	1.076
2		1.598	0.205	336.772	2.699	0.644	0.831
3		1.873	0.065	4601.632	1.019	0.986	0.889
4	HQ	2.257	0.107	2479.631	2.233	0.446	1.911
5		3.148	0.308	577.604	2.149	2.372	3.744
6	HL	3.657	0.140	3779.413	1.134	0.666	2.089
7		5.265	0.185	4487.071	4.949	2.165	2.486

### 比较谱图:(这一效果需要一定的抓图软件)



# 采样:北京天擎化工有限责任公司

@洲沙大学

### 5.2 比较谱图

### 离线色谱数据工作站的比较谱图功能

单击谱图比较菜单,就可以同时打开两个谱图并对之进行比较或加减。方法为用鼠标单击再打开按 钮或选中菜单中的相应功能,上面的是用来比较的谱图,下面的是被比较的谱图。在谱图加减运算中,上 面的谱图是用来加减的谱图,下面的是被加减的目标谱图。谱图比较有很多实用的功能,如图 5-4 所示, 具体操作如下:



图 5-4

#### 5.2.1 分开显示谱图与合并显示

再打开一个谱图后,您可以把两个谱图用合并显示与分开显示两种方式进行查看,默认为分开显示, 如需必为合并显示,则用鼠标单击合并显示按钮或在菜单中选中该功能。工作站马上就可以将两个谱图合 并在一起显示,如图 5-5 所示。反之亦然。



图 5-5

#### 5.2.2 谱图的对齐

为了方便地进行比较,您可以根据需要对齐两个谱图,除了工作站默认的方式即起点对齐以外,工作站还



创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页 第 47 页 共 86

🐼 浙江大学

以先自定义好对齐的时间点,然后单击对齐,如图 5-6 所示。

### 5.2.3 谱图的相加减

N2000 型色谱工作站还提供了两个谱图相加减的功能,在打开了如图 5-7 所示两个谱图后,您只要用鼠标 单击谱图相加按钮或在菜单中选中该功能,就可得到如图 5-8 所示相加的谱图结果,还可以根据需要对运 算结果加以保存。谱图相减是操作和谱图相加一样,谱是上述两个谱图相减后的结果。



### 5.3 手动积分

实际分析中由于有时的样品十分复杂,实验室所用的色谱分离技术无法达到较理想的分离状况,虽然\_\_\_\_\_

N2000 色谱数据工作站采用了国际上最先进的算法对色谱信号进行智能鉴别,但作为一个软件产品,要百分之百准确地差别出峰的起点.终点与峰的类型,仍然具有一定的难度,于是我们工作站就提供了一个人工对色谱峰的识别进行补充处理的工具,这就是手动积分。手动积分是对工作站智能自动判别的一种合理补充。

手动积分有手动画基线,设置峰类型(单峰/重叠峰/拖 尾峰),移动峰起点与结束点,增加分割线/删除分割线,添加 峰,设置水平基线,添加负峰及删除负峰等几种。

手动积分的各个功能使用方法如下:您必须先用鼠标按下 手动积分按钮,或者选中积分菜单中的手动积分功能,等到手动 积分的各子功能按钮弹出(如图 5-9 所示),然后您可以<u>按照色</u> <u>谱工作站在谱图下方给出的提示</u>,用鼠标单所需功能按钮,使该 按钮按下,并在谱图上选择所需想改变的目标点以及改动以后的 点即可。具体各功能的操作如下:

老	玢	报告	比较谱图	帮助	
1	自	动	<b>≣</b> A		• 🖦
	手	动 ▶	手动基线	藯	目
	记	录	单峰		Ŕ
	Δ.		重叠峰		
	<b>R</b> /n /		拖尾峰		
퇴.	组分	〕表	移动起点	ī.	皀
			移动结束	見た	
i			増加分割	魆	
-i i	 ,		删除分割	魆	11
-¦		- +	添加峰		
		. <u>.</u>	前向水平	<sup>z</sup> 基线	
÷.	i	- I	后向水平	Z基线	
-i -i	· ·	T	添加负嵎	ŧ	
-¦ -	·	- <del> </del>	删除负嗬	ž ŧ	

浙江大学



图 5-9

- 5.3.1 手动画基线:用鼠标按下手动画基线按钮或在菜单上选中该功能,然后用鼠标分别在色谱图 上单击选择所需改变色谱峰基线的起点及终点,工作站即自动在按您所给出的两个点之间画一 条基线,并强制按这条线计算出该色谱峰的面积。
- 5.3.2强制改变峰类型(单峰/重叠峰/拖尾峰):用鼠标按下强制为单峰按钮或在菜单上选中 该功能,然后用鼠标分别在色谱图上单击选择所需改变色谱峰类型的起点及终点, 工作站即按您的要求对所选时间段内的色谱峰强制以单峰重新进行积分。如图所 示。强制为重叠峰与强制为拖尾峰的操作与强制为单峰一样。
- 5.3.3 移动起点 / 移动结束点:用鼠标按下移动起点(或结束点)按钮或在菜单上选中该功能,然后 依下方的提示用鼠标在色谱图上单击在移动的目标峰,然后用鼠标单击选择新的起点(或结束 点)
- 5.3.4 增加分割线 / 删除分割线:用鼠标按下增加分割线按钮或在菜单上选中该功能,然后用鼠标在 色谱图上单击选择所要添加分割线的位置,工作站即自动在您所选的位置强制添加一条分割线。 如果您要想删除分割线,则在用鼠标按下删除分割线按钮或在菜单上选中该功能后,必须用鼠 标在色谱图上单击选择所要删除分割线的起点与终点位置。
- 5.3.5 添加峰:用鼠标按下添加峰按钮或在菜单上选中该功能,然后用鼠标分别在色谱图上单击选择 所要添加色谱峰的起点与结束点。
- 5.3.6 前向水平基线 / 后向水平基线:用鼠标按下前向(或后向水平基线)按钮或在菜单上选中该功能,然后用鼠标分别在色谱图上单击选择所需改变色谱峰水平基线的起点与结束点,工作站即自动在的选两点处连接成一条水平线。
- 5.3.7 添加负峰 / 删除负峰:用鼠标按下添加负峰(或删除负峰)按钮或在菜单上选中该功能,然后 用鼠标分别在色谱图上单击选择所需添加负峰(或删除负峰)的起点及终点,工作站即自动在 按您所给出的两个点之间添加负峰(或删除负峰),并强制按这条线计算出该色谱峰的面积。
- 5.4 手动积分事件表

所谓手动积分事件表就是色谱工作站自动将您所做的每一步手动积分操作都记录在一个表格中,这 就是手动积分事件表,如图 5-10 所示。通过手动积分事件表,您不仅可以清楚地看到每一次手动积分的积 分内容,时间点 1 和时间 2,而且可以先选择其中一个手动积分事件并通过点击删除按钮将该事件删除, 或者通过点击清除按钮将所有的手动积分事件全部清除。

♥>淅ジナ学

道图	积分方法 组分表	报告编辑	显示设置	比较谱图	手动积分事件表	
事件号	描述				时间点1	时间病2
1	創除師				3.81895	0.00000
2	强制重叠峰				0.31825	5.01556
3	强制拖尾峰				0.20365	5. 32107
						二 新秋 《 清秋

### 图 5-10

### 5.5 模拟显示

对于积分完成后的报告,我们还可以采用不同的比例显示,如图 5-11 所示,第一个按钮提供了显示 整页,等页宽,50%,100%,200%等以满足您各种不的需要。旁边的两个按钮分别为上一页和下一页。



第六章 第一次进样测试标样试验示例

进入 N2000 工作站并打开一个或两个通道后,用户首先关心的是如何进行 第一次样品测试的操作。为此,我们先对怎样进行第一次进样测试做一介绍。

就如我们老版本 UPPER 进行第一次进样操作般,开机并进入 N2000 色谱工 作站,打开一个或两个通道后,您可以不去考虑软件的众多功能,只须操作色谱 仪器进样并按下色谱工作站摇控开关(或点击 N2000 工作站的通道数据采集按 扭);待第一次进样分析完毕后,我们即得到了以后所需要的谱图数据。具体操 作步骤如下:

6.1 进入 N2000 色谱工作站

进入 N2000 色谱在线工作站:开机,等待计算机已运行完 WINDOWS 操作平台后,点击开始菜单 开始,从程序菜单中拉出在线工作站并点击即可进入本工作站,如下图 6-1 所示:





6.2 串行口设置

一般第一次进样前都检测工作站是与计算机哪一串行口相联,即设置串 行口,具体操作如下:

6.2.1 按 6.1 步操作拉出 N2000 色谱工作站,点击图标 2 <sup>串行 设置</sup> 系统将跳出一个称为串行口选择的窗口,如图 6 - 2 所示:

浙江大望

💋 串行口选择	
串行口设置 ・ 第行口1 ・ 串行口2	VOK

图 6 - 2

6.2.2 当串行口选择窗口跳出后,请根据你所用的工作站 ID 数据采集卡与计 算机串行口联接情况,进行串行口的选择设置,选择完毕后点击 ✓ ○K 按扭。

串行口的设置选择好后,重复 6.1.1 步操作,等待系统运行完毕,进入 N2000 在线工作站,并跳出一个叫作通道的窗口,如图 6 - 3 所示:

通道 🛛 🗵	通道	×
通道	通道	
┏ 打开通道1	☑ 打开通道1	
┏ 打开通道2	☑ 打开通道2	
OK Cancel	OK Cancel	

图 6 - 3

图 6 - 4

6.3 通道的选择

当系统跳出通道窗口时,你先得选择一个或两个通道(选择了的通道系统 用✔标记),如图 6 - 4 所示,选择 ✔ ○K ,系统将进入在线工作站。 6.4 采样控制设置

对于第一次进样实验,我们一艘无须顾虑太多,只需对系统所默认的方法稍 做修改即可进样采集谱图操作,所需修改的参数主要是积分对话栏中采样控制中 的几个设置(可修改也可不修改),如图 6 - 5 所示:

浙江大望

采样结束时间(min): 60,000
▶ 采样结束自动积分
▶ 采样结束自动打印报告
文件保存方式
○ 自动方式-前缀+日期+时间
○ 手动方式
◉ 自动方式-前缀+计数
文件前缀: А
采样控制 积分   组分表   谱图显为
图 6 - 5 (加黑线处)

6.4.1 采样结束时间:一般分析实验不需一个小时的时间,我们可以根 据所做实验时间进行修改,比如改为 30 分钟。修改时间是,一般系统会先 跳出一提示窗口(图 6 - 6),提示你必须在此输入一正值,否则系统将不接 受你的输入。



采样结束时间(min):	30.000

6.4.2 采样结束后自动打印报告:第一次进标样只是为采集一实验谱图数据,
因此我们一般无需打印实验报告,在此我们可以取消此项选择(取消√标
记),如图6-7所示:



6.4.3 文件前辍:这一选项你可以根据实验分析的样品名称输入,以便以后数据的查找和管理。比如,做白酒中组分分析时,我们可输入白酒作为文件前辍,系统将以白酒+000(n++)<sup>白酒0005:</sup>计数,即每进一次样,停止采集则自+1。如图 6

浙江大学

- 8 所示:



不管你对系统哪一参数进行了修改,你都必须点击采用按扭 < 采用 ,你的输入才能被计算机所接受。

6.5 进标样

采集数据:至此你可以进标样采集谱图数据了。

等到采集数据完毕,点击停止采集按扭<sup>停止飞集</sup>即完成第一次采集谱图进 样实验。

接下来你便可以利用此标样谱图进行实验方法的编辑并保存,最后便可利用 所编辑的实验方法进行样品数据采集了。

下一章我们介绍实验方法的编辑。

## 第七章 实验方法的编辑

实验方法是指控制工作站对色谱仪的信号进行显示、采样保存、分析计算、打印、同时 记录试验条件的一个程序,包括采样控制、积分参数、组分表、谱图显示控制、报告编辑格 式、仪器条件等。它实际上是一个你分析进样前所编好的批处理程序。一旦编辑好了实验方 法,计算机将一步一步按你所编好的方法进行操作.

在采集数据进行色谱实验分析以前,针对不同的样品设置相应的方法,可以使您更准确更 快速更方便地进行样品测试,并真实地记录样品的实验条件。所以,在日常的操作中应养成 良好习惯;即取一个简单直观的方法文件名并及时地保存修改过的方法。以后做同一类物质 色谱分析,你只需打开这一方法即可。

为此,我们在这一章详细介绍实验方法的编辑。

进入在线工作站度打开一个或两个通道后,我们便可进行实验方法的编辑 了。

7.1 实验信息的编辑

点击实验信息一栏,在实验信息一栏中填写实验标题、实验人姓名、实验单 位、实验简介(根据你的需要进行填写),如图7-1所示:



7.2 方法的选择

对实验信息进行编辑之后,点击方法一栏,接下来进行实验积分方法和参数的编辑了。

实验信息 方法 数据采集 数据采集保存路径 米样结束时间(min): 30.0 原料保存路径。 c:\program files\浙江大学智能信息工程研究所\标样 p P 采样结束自动积分 样品保存器品。 □ 采样结束自动打印接备 c:\program files\浙江大学智能信息工程研究所\样品 C? 文件保存方式----自动调整线 02 基线文件。 C 自动方式-前缀+目缀+时间 5 手助方式 @ 自动方式-前缀+计数 文件前級: 白浦 采样控制 积分 组分表 校正曲线 講座显示 报告编辑 仪器条件

N2000 色谱工作站操作说明书

图 7 - 2

### 7.2.1 采样控制的设置

浙江大望

1) 刚开始进第一针标样采集谱图时,取消了采样结束自动打印报告(图7
 2 所示),因此我们在这如需要必须选取(用♥标记)此一项功能。如图7-3
 所示:

· 宗留信息 方法 数量示集	-		
※構成現代的(sun): 30.0 (本) 条件成果自动机会 (2) 提供結束自动们引張者)	1947 保守部会。 C: Vrapna Piles (第正大学 D) 件品保守部会。 C: Vrapna Piles (第正大学 D)	affigentification Printerantero Printerantero	DERAGONAL CONTRACTOR CONTRACTOR SANARD CONTRACTOR
- 文件保存方式 「 自助方式前提+日期+時间 「 手助方式 ド 自动方式物振+日数	「日均英基状 基状(2)+。	20187735 * 201572 208-039-039 * 94552 * 94552 * 94555	
文件新發:  白西 	✓ 采田 报告编编 [公園条件]	7.988: 708 74498 [90] [102] [103]	✓ 采虹 起热编辑: 12番条件:

### 图 7 - 3

图 7 - 4

2) 你也可再次对文件保存方式进行修改选择,如果你觉得有必要的话。例 如我们选择第一种文件保存方式即自动方式-前辍+日期+时间方式,如图7-4所 示。在此我们采用第三种方式自动方式-前辍+计数方式,所以我们不再做修改了。

3) 数据采集保存路径的设置:如果觉得必要你也可对采集所得的文件保存 路径进行更改,为了以后进行数据后处理的方便,我们将标样、样品谱图保存在 白酒目录下;因此我们在路径C:\.....\标样后输入白酒及C:\.....\样品后输入 白酒一路径,如图7-5所示:

浙江大学



图 7 - 5

输入后:

-数据采集保存路径
标样保存路径:
C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究所\N2000色谱工作站\标样\白酒 📭
样品保存路径:
C:\Program Files\浙江大学智能信息工程研究所\N2000色谱工作站\样品\白酒 📭

图 7 - 6

最后我们必须点击采用 ✓ <del>采用</del>按扭,以使系统接受我们的输入。点击后, 我们将看到两次图7-7所示的窗口:

注意		×
路径不存在,要3	不要创建?	
	T and	
是(1)	舌(11)	┛╽

图 7 - 7

请点 后,即出现图7-8所示结果:

Softet Hitten 1 10,000	参测河集保存指令 标档得存器会。
□ 另样法案目动用头	COMPARING AND ALTERNAL AND AND ALTERNAL AND A
12 米林道来自427月4日世 文件描写方式	「「Program Pictor 第日大学者を見る工程が7月15000色素工作が得る」日本
C 自动方式-新祭-白展-时间	- BARNESS 基地文件:
后 带动方式	
F 由陆方式-教授+计教	
zonise. En	h 1928

图 7 - 8

到此为此你已经做完采样控制的编辑。接下来我们进行积分方法及参数的选

浙江大学

### 择。

7.2.2 积分方法及参数的编辑



图 7 - 9

点击积分按扭,当跳出如图 7 - 9 所示的窗口时,我们就可以进行积分方法及参数的编辑了。

7.2.2.1 积分方法的选择:在进行色谱分析时,对运用工作站的分析人员,积分参数和方法和选择是必然的。在在线工作站中,你必须根据实验所需进行积分方法和参数的选择。我们在此用面积内标法对白酒组分进行测定,因此我们积分参量选用面积(用<sup>• 面积</sup>表示)一项,积分方法则选用内标法(用<sup>• 页示法</sup>表示)一项。

7.2.2.2 积分参数的选择:同样,积分参数的选择对分析也是必要的。在这你必须根据实验所需对积分参数进行正确选择。

时间	峰宽(z)	斜寧	样品重量	最小面积(uv*s)	时间变参(min)	锁定时间(a	₹插入
全部时间	5	70,000	100,00000	10,000	5,000	0,000	. Frank a
11		_				E	計删除
附间(min)	峰宽(s)	新闻	漂移	最小面积(uV+s)	时间受参(min)	锁定标记	影響波
							✓ 采用
<u> </u>						1	

一般峰宽、斜率、时间变参,你可以不做修改,以系统默认值即可进行分析;最小面积 一旦设置,系统会将那些峰面积低于这个值的峰过滤不积分处理;锁定时间设置后,系统将 从采集数据开始到此一时间之间的所有谱峰锁定,不进行积分。

若实验需要锁定某一中间部分的谱峰,那你可点击插入按扭,系统将跳出如图7-10所示的

副浙江大学

对话窗口:

要把下面参数加入时间程序表吗?	×
起始时间 终止时间 峰宽 5 斜率 5.833333492 漂移 0	OK
最小面积 10 时间变参 5	🗙 Cancel
□ 锁定标记 □ 拖尾标记 □ 保持标记	

图 7 - 10

在图 7 - 10 所示的窗口中,你在输入起始和终止时间后,请标记

对于插入的参数,你可通过删除和修改操作。在此不再介绍。

7.3 组分表的编辑

积分方法和参数设置完后,接下来进行组分表的编辑,具体操作可参阅在线介绍一章节;若 你所选择的积分方法为非归一法,那么在这你还需要进行因子校正或直接输入校正因子;关 于曲线因子的校正,请参阅校正一章节。

7.4 谱图显示的编辑

组分表编辑好后,接下来你可以对报告中谱图的显示进行编辑了;具体操作可参阅在线介 绍一章节。

7.5 实验报告的编辑

为了打印获得一份较好的实验报告,你必须进行实验报告的编辑。具体操作请参阅在线 介绍一章节。

7.6 仪器条件的设置

实验所用的仪器条件、型号等,你都可将其加入到实验报告中去。具体操作也请你参阅 在线介绍一章节。

到此为止你已经将一个完整的实验方法设置好了,剩下的你只须保存这一方法,以便以后使用了。

下一章节我们将介绍如何进行因子的校正。

影浙江大望

### 第八章 校正

### 8.1 校正原理

色谱仪的校正对结果的准确性通常是重要的。校正一台仪器的目的是核实某一给定的组 份在检测器上的响应,因为等量的不同组份在同一检测器上在相同的色谱条件下往往产生不 同的响应。校正的另一个原因是有关检测器的线性,许多组份的响应将随着组份的浓度的增 大而增加,因此需要用同一组份的不同浓度对检测器进行校正(多点校正)。

校正包括如下步骤:

- 1. 制备一个含已知量主要组份的标准混合物(如果进行多点校正,则为多个混合物)。
- 2. 依次预运行选择分离最佳条件,确定主要组份的保留时间。
- 建立一个校正方法,包括一个含有每个校正峰信息的校正组份表。在组份表中选择或输入组份名、期望保留时间和标样浓度。
- 通过加入或采集标样(或几个标样)来进行校正。所得的峰面积用于建立校正曲线,通过 校正曲线计算每个组份对应的响应系数。



当采集一个未知样品时,每个组份的峰面积与相应的响应系数比较,计算出每个组份的 量并打印在样品的最终报告上。

#### 8.1.1 校正类型

在色谱分析方法中,有两种校正样品的方法——内标法和外标法——需要用到校正。

- 在内标法中,每个样品(标样和未知样)与给定的已知组份的已知浓度的峰(内标峰)进行 比较,当接着运行样品时,其峰面积即可由内标"校正"。该方法用于校正系统误差和 进样技术造成的误差。
- 外表法不需给定峰值的标准组份。所有未知样品与标样比较,因此进样量的精确度和重 复性是很重要的。

在此我们有必要先对色谱分析中校正方法类型进行介绍。

8.1.2 色谱校正类型

色谱分析的每一步操作,从取样,样品制备到进样和峰面积(或峰高)测量都会引入误差,最后分析结果的误差是每一步操作所产生的误差的总合。校正包括单点和多点校正: 1、单点(单级)校正是用一个标准样品,在浓度(含量)和响应值(峰面积或峰高) 坐标中获得一个点,将此点与原点联成一直线,该直线即为单点(单级)校正曲线。对

😪 浙江大学

于单点(单级)校正曲线, 欲测样品组分浓度范围内的检测器响应值, 假定是线性的, 该组分的响应因子为通过该点及原点的校正曲线的斜率的倒数。

2、多点校正是用多个浓度不同的标准样品,在浓度(含量)和响应值(峰面积或峰高)坐标中获得多个点,然后用一条直线将这些点与原点进行线性拟合。图是用三个不同浓度标准样品作的三点(三级)校正曲线,该组分的响应因子为该直线斜率的倒数。这种通过原点的线性拟合与单点(单级)校正方法相似,检测器响应值在校正的浓度范围内假定是线性的。两种校正方法的不同点在于线性拟合(多点校正)情况下,检测器响应斜率是由通过多点的最佳值拟合决定,因此多点校正结果的可靠性及准确性要高于单点校正。

### 8.1.3 建立一个校正方法

在设定方法校正部分之前,应保证选择好测定参数和色谱分离的最佳条件,还应保证积 分参数的正确性,因为主要峰应被正确地分辨和积分。之后,就应该进行标准混合物的测定 (或多点标准混合物的测定),并将它作为数据文件存盘。用这个保存文件作为校正时加入的 标样。

### (一) 建立组份表

一旦采集了标准样品并将其保存,就可以用保存的文件建立您校正组份表(组份表)。 组份表对组份的分辨很重要,组份表中列出了峰名和保留时间。可以为每个组份输入峰 名,保留时间可以由键盘输入也可以以系统默认的形式定义。

在组份表中有一个保留时间范围区(时间宽度),如果谱峰落在定义的时间范围中,尽管 峰的保留时间与表中的保留时间不相符,也能被分辨并识别。该时间范围主要用于识别组份 表中的保留时间。

在报告编辑中单位的列中输入组份的浓度单位。

下面的步骤讲述如何建立一个组份表。

- 1. 如需要,选择**方法**。
- 2. 选**组份表。**将出现一个组份表屏幕,包括一个为当前方法定义的组份的目录。如果没定义组份,则屏幕中将没有组份列出。
- 要手动定义组份,点击插入按扭,输入峰名、保留时间、保留时间范围、浓度单位和所 使用的参考峰代号。
- (二) 以系统默认的形式定义多个峰

要用所存的数据文件建立组份表,须将谱图数据文件打开。在工作站通道窗口上选择**谱** 图按扭,系统将跳出一对话窗口,选择好谱图文件保存路径并打开你所要的谱图。然后点击全 选按扭。在你所需要的峰组分处做好标记,如图8-1所示,点击采用按扭。

😪 浙江大学



图8-1

#### 内标量:

如果所做的是内标法校正,必须输入内标物浓度。一般由于所用标样和样品中的 内标量相同,因而常输入"1"。

### 样品量:

如果样品量被设定一个非零值,所有浓度将除以这个数,此处一般输入"100" (三).输入组分含量

点击**校正**按扭,当系统跳出校正窗口时,点击**组分含量**,输入各组分的实际含量。 到此为止,你已经做好了一个完整的校正方法。接下来只要进行加入标样或采集标样谱图校 正了。

副浙江大学

### 8.2 校正方法

有两种方法输入做校正曲线所需要的峰面积: 运行校正标样(或多个标样),工作站 自动校正方法,我们称为采集标样; 用盘中所存的数据文件手动校正方法,我们称为加入 标样。在大多数情况下运行标样时是采用采集标样自动校正的。如果后来发现由于某种原因 校正不正确,可以用加入标样手动方法进行更正或在不重运行标样的情况下重新标定方法。

## 8.2.1 采集标样校正

采集标样进行自动校正包括运行新的标样和让系统在运行完标样后校正方法。有两种方 法进行自动校正: 采集多个不同浓度的标样进行多点校正; 采集一个或多个同浓度的标 样做单点或平行多点校正。

## (一) 采集多个不同浓度的标样进行多点校正:

要进行自动多点校正,必须采集多个标样。

这个程序是**工作站通道窗口组分表**的校正功能建立的。在组分表屏幕上,一个校正标样 由在输入组分含量次数来决定校正点数的。



1. 从通道窗口中选组分表。

### 2. 选谱图来调出系统已采集的谱图数据文件。则显示图8-2所示的窗口:

@浙沙大学

打开		2 ×
查找范围(I):	· · 🗈 🗗 💽 ·	
DensDat 一 标样 一 样品 」		
文件名(10): ) 文件类型(10): (+. dat	▼】 取前	
■ 使用当前方法		
٥		
0		-

### 图8-2

3. 点击谱图数据所在的路径并找到相应的文件名,打开这个文件。

# 			and in a little	M.
E扶范围 (D)	「井山」	-	+	🗗 🔲 -
A0000	j0001	j0150		
10000	J0002	j0151		
10001	111 10004	10153		
j0000	j0005			
			1	1
2件名 (1): [	j0003			打开(1)
(件类型 ①):「	*. det		•	取纳
使用当前方	方注			11/10/10/10/10
04/104107	714			
150 -				
100-			N.	
50			1	
0			1	

4. 从组分表上选全选

工作站将从数据采集所得到的值中向该屏幕自动输入保留时间、时间宽度的值。如果 想要更改它们就在这里编辑。在这你必须输入峰名,以便系统自动识别峰;是内标法你 还得给内标峰作标记。若已知校正因子,你还可人工输入因子。如图8-3所示:

😪 浙ジナダ



图8-3

点击采用按扭,系统将跳出提交成功窗口,如图8-4所示,单击OK。



图8-4

5. 点击校正,系统将跳出校正窗口,如图8-5所示:

9/2/11.8	8 2	114		ex.	2																													
20					_			_	_		_		_												_					1	1	1914	1	a
19																																10000		
18																																383	20	4
17																																34	新作	
18																																Et.7	-R.F	
15-																																100.0	35.0	1
E.o.																																10.0		
812																																310	19120	4
																																椀	364	£.]
10																																飲死	N/III	E
9																																		
7																																		
5																																		
5	0 1	ż	ż	÷.	ŝ.	÷	ÿ	ŵ	9	18	11	12	13	14 时间	16 16	10	12	18	19	28	28	22	29 3	ie :	26 C	1 I	άr 2	ni 1	8.3	-				Ľ

图8-5

组分含量:

标准样品的含量。

点数 (Level):

运行的校正点数。重复输入组分含量进行多次校正。

样品量 (Sample Amt.):

如果样品量被设为一个非零值,则所有浓度要除以这个数。

内标量 (ISTD Amt.):

新河大学

主要是在样品中加入一个给定的已知组份的量,使运行结果被确认和/或更正。如果加入一个内标物,则要输入内标物的量,一般为"1"。

倍数因子 (Mult.):

6. 点击组分含量,输入标准组分含量。如图8-6所示:

祖分含量表		×
组分名	含量	
NB	1	
VE	99	
样品重量:	100.0	
OK		Cancel

图8-6

点击OK按扭,当系统跳出如图8-7所示窗口时,单击**采集标样**,待到停止采集数据,系统 将自动根据你所采集到的标样谱图进行因子校正。

实验情思 方法 校正	
20	別の古業
12-	查看基地
17	采集标程
18	飲弃呆果
14-	侍止邪亂
11 	加入教祥
11 · · · ·	校正完毕
10	放弃校正
9	
7.	
# 5	
0 1 2 3 4 5 6 7 6 6 18 11 12 13 14 15 16 19 18 10 20 21 22 25 26 25 26 29 20 28 28 2 BTH (see )	6

图8-7

**注意:** 当运行完所有校正标样时,方法校正就完成了,并且在未知样品报告中将包括从 方法中的响应曲线计算出的浓度。

## 8.2.2 单运行校正:

运行一个校正标样可能不用程序。如果所做的是单点校正就可以用这种方法。并且一次 运行一个样品而不是多个校正运行。(**注意**:这个方法还可以用于从多点校正中运行一个单 点标定。)

要运行一个校正标样,则用所用通道窗口的功能按扭中的校正选项。将出现一个如图所示的对话框。单点校正步骤与多点校正相似,只是这只须输入一次组分含量采集一个标样即可。在这只对要用到的一些述语进行介绍。

数据文件名:

数据将被保存在该区中输入的文件名和路径下。键入数据路径和文件名来输入数 据文件。

样品量:

如果样品量被设为一个非零值,则所有浓度要除以这个数,输入标准浓度,一般为"1"。

内标量:

内标物的浓度,一般输入值为"1"。

稀释系数:

所有的浓度值都乘以输入的稀释系数。

## 8.2.3 加入标样校正(多点):

如果想要用所存的数据进行多点校正则用这个校正方法。这个选项在将数据并入方法之前检查标样的数据和基线。

加入标样校正以工作站主菜单的批处理功能进行。如上所述,填一个包括所希望的校正 方法和标准样品数据文件的表。当执行校正时,系统将用所存的数据文件中的数据对每个点 进行校正。加入标样校正可用于改正错误,或在校正方法之前检查一下多点校正的色谱图。

具体操作参见自动校正步骤,只是在采集标样时,改为加入标样。系统将跳出如图所示窗口;此时只需打开相应谱图数据文件,系统将根据这个打开的谱图进行自动校正。

打开			? ×
查找范围(I): 🔄	DemoDat	• + 🖸	🗗 🖬 -
<ul> <li>新建文件夹</li> <li>動品が2</li> <li>動力に1</li> <li>助力に2</li> <li>动力に2</li> <li>动力に4</li> </ul>	型 ve标样2 型 ve样品1 型 ve样品2 型 白潤 酒 白潤标样1	回 白酒毎样2 回 白酒毎样3 回 白酒毎样4 回 白酒粽样4 回 白酒祥品1 回 白酒祥品2	国長祥(11) 国長祥(11) 国原末祥4 国原末祥4 国汽油
文件名 (12): 🕅 文件英型 (12): 🔽	dat	2	打开 (2) 取納
反使用当前方: 1,200 1,000 600 400 200 0	法		R
0 2	4 6 8	10 12 14	16 18

### 8.2.4 加入标样校正 (单点)(参照自动单点校正)。

### 8.4 观察峰校正曲线

组份校正曲线可以用显示校正曲线功能来观看。工作站软件可以在最多十六个浓度点

😪 浙江大学

内控制校正,一个校正点对应校正曲线上一个点。一个特定通道的每个组份必须以同一种方式校正,这就意味着如果一个组份的曲线是一个点到点的校正,则其它所有组份都必须是点到点的校正。每个组份的校正点数可以不同,在观显示校正曲线屏幕上选择的校正拟合在对 色谱的分析过程中不起作用。具体参考校正设定屏幕。

我们建议不要用**显示校正曲线**屏幕来输入数量,它应用于观察校正信息和决定所要用的 曲线类型。点数可以在校正过程中用校正屏幕较容易输入,并且在校正过程中由工作站测定 峰面积。

观看校正曲线:

- 1. 选**方法**。
- 2. 选**显示校正曲线**。
- 3. 选适合的通道。
- 4. 在观察菜单中击已命名谱峰来选一个组份。
- 5. 可以观察或更改表中的数量信息。
- 6. 面积信息是在校正方法时所保存的面积值。
- 要观察数据的点到点、线性或二次拟合等曲线,需在拟合菜单下选择相应的选项。在 拟合下选清除则将曲线清除掉。在拟合菜单下选择强制过零则强迫校正曲线通过零点。
- 8. 完成后,选窗口的左上角。然后从显示的菜单中选择**关闭**。
- 8.5 积分参数项

积分参数项可以作为方法加入到**积分参数表**中或以图表的形式加入到任何通道窗口 中。开始一个新方法时,文件DEFAULT.MET中的缺省积分项(Threshold、Width、Shoulder Sensitivity)自动输入到新的方法中。这三个基本积分时间项是峰的测定和积分最基本要求。 这些事件的值可能需要改变,并且有时可能需要更多的积分时间项来选择峰测定的最佳条 件。

### (-) 从方法中输入一个积分参数项

请按照下列步骤进行:

- 1. 选**方法**。
- 2. 选积分参数表。
- 3. 在"EVENT ID"列中的空行内双击鼠标,屏幕即显示积分参数项菜单。
- 4. 从菜单上选想要的积分参数项,关于积分参数项的完整说明参见屏幕/命令参考。
- 5. 输入起始、停止时间及该项的值,无起始、终止时间则按全程处理。
- 编辑完任何其它积分参数项后,击积分参数表窗口的左上角从弹出的菜单中选择 关闭。

峰阈值:

这一项事件将基线中的峰值降到最小。这可以用测定每一个数据点和它相邻 的数据点的平均值之间的差值来实现。这个差值再与输入到积分参数表中的峰阈 值比。如果这个差值比输入值大,则这个数据点被它相邻点的平均值所代替。对 色谱图中的每一点都实行该操作。

### 零值积分:

😪 浙江大学

该项将在一个特定的时间停止峰的测定和积分。

- **起始** 积分的起始时间
- 终止 积分的终止时间
- 数值 无需输入数

#### 肩峰灵敏度:

该项让使用者设定肩峰灵敏度,肩峰灵敏度被定义为单位时间的电压差,肩 峰灵敏度用于测定峰的起始和终止。如果谱图中三个连续的值都超过这个值就被 确认为峰。在遇到另一个肩峰灵敏度项或运行结束之前这个肩峰灵敏度都有效。

- **起始** 这一项的起始时间
- 终止 无需输入数
- **数值** 所用的边缘值

#### 峰宽:

使用者可以改变峰宽项,这会影响数据的拥挤度。在色谱的起点(时间为0) 至少需要一个**峰宽**项。一般来说,每当峰的宽度加倍就要输入一个新的**宽度**项。

- **起始** 这一项的起始时间
- 终止 无需输入数
- **数值** 峰底部的宽度值

#### 最小面积:

最小面积是一个时间项,用于设定基线上的信号变化能作为峰检测的最小面积。

- **起始** 这一项的起始时间
- 终止 无需输入数
- 数值 所用的最小面积

### 谷到谷:

该项用于规定积分是以谷到谷的形势。

- **起始** 这一项的起始时间
- 终止 这一项的终止时间
- **数值** 无需输入数

#### 水平基线:

这一项用于在正方向上规定一条水平基线。它一般从水平基线起始时间后的 下一个峰的起点开始。

- **起始** 这一项的起始时间
- 终止 这一项的终止时间
- **数值** 无需输入数

#### 切线方向:

这一项用于切掉峰。

- **起始** 这一项的起始时间
- 终止 这一项的终止时间
- **数值** 无需输入数

#### **负峰处理:**

该项用于将负峰倒转为正峰。

- **起始** 这一项的起始时间
- **终止** 这一项的终止时间

☞ 浙沪大学

@浙河大学

## 第九章 用面积归一法做一个样品

例:样品1的配制:精密称取96.13mg 样品于100ml 容量瓶,用蒸馏水稀释至刻度。可分析测定出样 品中各组分的含量;

操作步骤如下: 第一步:打开在线色谱数据工作站,先选择需要打开的通道2。如图9-1示

通道 🛛 🗙	「「「「「「「「」」「「「」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」」
通道 □打开通道1 图 9-1 □打开通道2	実施体現: 用語サビービオビス部になりません。 実施の目: 「第3年文字を行うますのでは、 実施の目: 「第3年文字を行うますのでは、 発行的についていないでは、 実施の合: 「またのでのでは、 またのでは、 またのでは、 またのでは、 にののでは、 にのののでは、 にのののでは、 にのののでは、 にのののでは、 にのののでは、 にのののでは、 にののででは、 にののででは、 にののででは、 にののででは、 にののででは、 にののでででは、 にののででででででででででででででででででででででででででででででででででで
OK Cancel	图 9-2

第二步:单击实验信息,根据需要如实填入实验标题、实验人姓名、实验方法及实验简介。另外工作站 还自动给您填好实验时间和使用方法,如图 9-2 示。

第三步: 单击方法,单击采样控制,根据实验情况修改采样结束时间为 30 分钟,取消采样结束自动打印报告(用鼠标单击该功能前的小方框, 消失为该功能取消)。选择文件保存方式为自动方式 - 前缀 + 计数,并输入文件前缀为 CXL。然后单击采用如图 9-3 示:



第四步: 编缉积分参数,用鼠标单击积分菜单,选择面积归一法。并根据需要修改积分参数表。然后 单击采用,如图 9-4 示:

♥>淅ジナ学

- 54. - 54. - 88. - 88.	800 A28 9 10-15 7 10210-16 7 10405 80.00	- 1463 - 12833	#1070.04	etara con pressente	2005.]	12000001044	###第 - ### - ## - ##	- 1968 - 1980		
ALLI BIBTANI 40	10.0 MB	80	an are unit	A CIRPAL MINE	*2004   	23956 1 23956 1 1	ен рее 	9421.81.8 100.0000 816	ALCENTION CONTRACTOR AND ALCENT	
NUMBER NO D	018.000 HAND	10001								

图 9-4

第五步 采样:点击数据采集,查看基线,看看基线是否走平稳;若基线已平稳,那您便可点击采样数据 按扭,您便可进行实验数据的采集。当采样完毕,系统自动打印输出报告。

其喻信意 方法   秋屋分集	
and a	2024
-089	采集教報
400	75.9.57.8.
890	35158.E.
300-	科莱斯式
<u>3</u> 340	4,513
19 300-	1010038
1980	<u>\$682</u>
1000 (1100))))))))))	

注:面积归一法无须进行曲线谱图的校正!

附实验报告:
副浙江大学

# 第十章 在在线色谱工作站中用内标法测试样品

例:标准样品的配制:精密称取 98.54mg VE 标准品(含量为 99.3%)于 100ml 容量瓶,用含 1mg/ml内标物 C32 的正已烷稀释至刻度。可算出 VE 标准品的浓度(即标浓度 1)为 0.9785mg/ml;

样品 1 的配制:精密称取 96.13mg 样品于 100ml 容量瓶,用含 1mg/ml 内标物 C32 的正已烷稀释至刻度。可算出 VE 样品的浓度(即样品量)为 0.9613mg/ml

样品 2 的配制:精密称取 90.10mg 样品于 100ml 容量瓶,用含 1mg/ml 内标物 C32 的正已烷稀释至刻度。可算出 VE 样品的浓度(即样品量)为 0.9010mg/ml

操作步骤如下:如果测定的 VE 样品是第一次,请先采集两到三针标样,以便获得谱图数据,详见第六章。 第一步:打开在线色谱数据工作站,先选择需要打开的通道1。如图10-1示

inii X	实验标题: 同时内标注测样品
通道	实验人姓名: 7.杜言 实验时间:30-4-15
尼打开通道1 同101	实验单位:「浙江大学皆能信息工程研究所
	他用方法:C:\Program Files\R2000\内标示例.mtd
F 打开遁道2	实验简介: 2 22
	例: 标准非显的配制:轉变和原因.54ag 12括准备(会量为92.53)于100a1完量值。 用含1ag/al/内存物(达的正已成等将面列度。可量出水标准品的改置(即用改置1)
OK Cancel	(50 90%mg/all 年品10%E例: 器密制限例: 13ag 年品干100al容量等,用含1ag/al的存物CSE 的CECTENERS等出版,目前H100%是00%原作品在人类(http:/// 00%mg/all/all/all/all/all/all/all/all/all/al
	存品的意思:「新常新新知」134g 存品于1004日安徽第一用资本g/h1内存的C22 的正式切解释型利果。可复出98年最初转度使存在量1次0.9010+g/h1

第二步 接下来进行实验信息的编辑:单击实验信息,根据需要如实填入实验标题.实验人姓名.实验 方法及实验简介。另外工作站还自动给您填好实验时间和使用方法。如图 10-2 示

第三步:单击方法,单击采样控制,根据实验情况修改采样结束时间为 30 分钟,取消采样结束自动打印报告(用鼠标单击该功能前的小方框, 消失为该功能取消)。选择文件保存方式为自动方式 - 前缀 + 计数,并输入文件前缀为 CXL。然后单击采用如图 10-3 示

NAME OF TAXA			
Angerijaan 355 Pantresto Pantresto Singerij	9.8 v8.4030.2	······································	1
> 非拉尔式-使用-日用-他们			
19655 19555-88++8		<b>王</b> 10-3	
304681: 718			11
NATEN ALL ROOM STREET	BERT KANN SHOP		

第四步:编辑积分参数,用鼠标单击积分菜单,选择面积内标法。并根据需要修改积分参数表。然后 单击采用, 如图 10-4 示:



创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页

浙江大学智能信息工程研究所

🐨 浙河大学







图 10-6





图 10-22



第六步:单击图 10 - 8 中右边的组分含量,输入工作站给出的组分含量表,单击 OK 确认, 如图 10-9 示

同所ジナ学



第七步: 单击采集标样数据,或者单击加入标样,根据工作站弹出的对话框中选择标准样品(VE标样 1.DAT),如图 10-9,图 10-10 示,您可以根据需要输入组分含量并采集标样或重复读入标样,即重复第六步,进行多点校正,直至您点击校正完毕按钮(如图 10-11)来结束这个校正过程。







浙江大学

第九步: 接下来,您就可以直接利用工作站计算出的校正因子进行样品分析了。在参数表中输入样品 重量,在单击采用确认(如图 10-13 所示)后,再单击采集数据;一旦你停止采集,工作站就直接给您计 算出结果,并打印出报告。

•	内标法			E 10-13	$\mathbf{z}$	
峰宽(s)	海南	样品重重	最小面积(uV+s)	时间变参(min)	锁定时间6	⇒紙λ
3	30.800	0.96130	10.000	655.000	0.000	• 1407 /
					0	計删除
峰宽(s)	斜率	漂移	最小面积(uV*s)	时间变参(min)	锁定标记	影修改
						✔ 采用
						0

为了以后再分析同一种样品方便,我们可将这一整个过程保存下来,点击另存按扭

另存,系统将跳出如图 10-14 所示窗口:

另存为				? ×
保存在 (I):	🔁 样品	•	+ 🗈	📸 🎟 -
🔂 01. mtd		🗟 外标法测	甲胺磷(	已校正因子).『
🖬 li. mtd				
🚾 w. mtd				
🚾 ww. mtd				
📷 yu. mtd				
				Þ
文件名 (M):				保存(S)
保存类型(I):	*.mtd		•	取消



在文件名处输入用面积内标法测定 VE 组分(已计算校正因子),并点保存,如图 10-15 所示;下次做同一种样品时,你只需打开此方法即可进样采集数据。

另存为				? ×
保存在 (I):	🔁 样品	•	🗕 🖻 🔿	* <b>III</b> •
🔂 01. mtd		🗟 外标法测日	甲胺磷(已树	交正因子).『
🖬 li. mtd				
🖬 w. mtd				
🖬 ww. mtd				
🔂 yu. mtd				
•				▶
文件名 (M):	用面积内标法测定VII组分	(已计算校正图	3	保存(2)
保存类型(亚):	*.mtd		-	取消
	7		_	

浙江大学

对于一个完整的实验报告,我们还必须进行报告编辑及仪器信息的输入操作。这两个过 程必须在另存方法之前做好。

A.报告编辑:点击通道窗口中的方法按扭,出现如图10-16所示窗口:

1). 点击报告编辑,选择报告内容一项,我们在这需要打印积分表、积分结果表、时间程序 表、组分表、积分方法、仪器信息及系统评价,结果单位为 mg/ml,因此选择这些所要的项 目。如图 10 - 16 所示:

1團/页脚   实验信息	
備四尺寸 図告内容 場面級示	US PERSON MADE AND ADDRESS
7 税势方法	and party and a second
7 积分表	1
2 时间程序表	E
7 加分表	1
2 位勝信意	
7. 新雄花钟的	M MMAMMAN1N1
strat II mit. ag/al	

图 10 - 16

2). 选择所需的实验信息: 点击实验信息, 我们希望打印实验单位、时间、日期、简介及实验人姓名, 因此我们选择这些项目。如图 10 - 17 所示:

始信息 方法 数据采集		实验信息 方注 装服采集	1
		Q - B B	
國國尺十 州造内亞 國委日示 百國/百濟 实验信息	8.007	自動/自動   実施信息   通知見す 経由内容 通知息示	H.1025
○ 認知乙姓名 □ 実施単位		マ 約8日示 マ 基地日示	
マ 実施日期 マ 実施的小	1000 gaun	11月17日 〒 <u>裕石</u> ( 裕玉	
	STREET, STREET, ST.	<ul> <li>(1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)</li></ul>	



图 10 - 18

3). 谱图显示:点击谱图显示,我们希望打印时谱图显示保留时间、网格显示、基线显示、 注释内容显示峰名,选择这三项。如图 10 - 18 所示:

4). 对于谱图尺寸,我们以默认方式打印。对于页眉/页脚,我们希望页眉内容为本单位名称,选择需要页

眉标记,并点击页眉	│ ↓ ,当出现如图 10-19 所示窗口时 ,输入单位名称 ,并点击	OK
-----------	--	----

浙江大学

页眉内容 🛛 🗙	页眉内容 🗙
请输入; <mark>N2000色谐工作站</mark>	请输入; 断江大学智能信息工程研究所
OK Cancel	OK Cancel

图 10 - 19

对于页脚内容的输入,方法与页眉方法相同,在此不再介绍。

B. 仪器信息:点击仪器信息,输入所操作仪器的相关信息。在这我们用惠谱 HP4890 气相色谱分析样品,因此将其所配型号、编号、柱类型及规格等各项仪器信息一一输入,如图 10 - 20 所示:

<b>遗选择仪器</b> 。	气相色谱	■ 製坐标单位。	陣压 (av)
型号	惠普譯4890	检测器 进杆器	住居
仪器编号	98062788	类型, FID	2
柱类型	07-17填充柱	同敏度	
柱规略	Snn, 2M	要减	
戰气类型	魚气	氢气(al/ain)	50
载气液量(m1/m	aa 50	空气(al/ain)	450
进样童(uL)	0.5	温度(℃)	330
采祥控制 积分 器 进样器 [不分流	) <u>組分表</u> 校正 注温   	曲线 周囲显示 根語 检測器   进样 类型: 恒	<u>編編(公開条件</u> 器柱温 温
※样控制 积分 器 进样器 相 不分流 (で)	<u>組分表</u> 校正 主温	曲线 攝图显示 报告 检测器   进样 类型: 10: 温度(7C) 2	<u>編雑 (X器条件</u> ) 器 柱温   温 70

附实验报告:

浙江大学

# 第十一章 用面积外标法做一个样品

例: 杀菌剂标准样品的配制:精密称取 100.1mg 杀菌剂标准品(含量为 HQ:2.82mg/ml;HL:11.6mg/ml)于100ml容量瓶,用蒸馏水稀释至刻度。

杀菌剂样品 1 的配制:精密称取 100.6mg 样品于 100ml 容量瓶,用蒸馏水稀释至刻度。 分析测试样品中 HQ 及 HL 的含量.

操作步骤如下:

第一步:打开在线色谱数据工作站,先选择需要打开的通道1。如图11-1所示

通道		×
_通道		
☑ 打开通道1		
□ 打开通道2		
ок	Cancel	

图 11 - 1

第二步:进标样,点击数据采集按扭,采集标准样品谱图数据,以便作为优化数据用.

采集数据 点击这一按扭,你便可进行标样采集了。采集完毕请点击 停止采集 按扭。

第三步:待标样谱图数据采集完后,接下来进行实验方法的编辑。

1) 单击实验信息,根据需要如实填入实验标题.实验人姓名.实验方法及实验简介。另外 工作站还自动给您填好实验时间和使用方法。如图 11-2 所示

验标题:	用面积外标法测定。	美菌剂中的及此的含量
融人姓名:	胡国华	实验时间:2000-12-18
验单位:	比京天擎化工有网	(表任公司
明方法:C:	\Program Files\H	紅大学智能信息工程研究所\N2000色谱工作站\Chanel0.atd

图 11 - 2

2) 单击方法,先点击采样控制,根据实验情况修改采样结束时间为 30 分钟,选择采样结 束自动打印报告(用鼠标单击该功能前的小方框,为该功能被选用)。选择文件保存方式 为自动方式-前缀+计数,并输入文件前缀为 CXL。然后单击采用如图 11-3 所示

💮 浙江大学

W###太太田田((min): 50.0	軟備用集件存留径 标样保存器径。	
□ 采样结束自动积分 □ 采样结束自动积分	C:\Program Files\浙江大学智能 样品保存器径。	信息工程研究所、
A MATSOM BADISCHAR B	C:\Program Filsz\浙江大学智能	k信息工程研究所\ D

图 11 - 3

3) 编缉积分参数,用鼠标单击积分菜单,选择外标法。并根据需要修改积分参数表如样品 量输入为100.1mg;最小面积为5000。然后单击采用,如图11-4所示:



图 11 - 4

要编辑时间程序表,请参看 N2000 在线工作站介绍。

4) 编辑组分表:单击组分表,先单击谱图,调入刚采集的标样谱图。DAT,按下 SHIFT 键用鼠标选中外标峰,单击插入,即弹出请输入组分的一个对话框,您只要输入组分名时间 宽度。单击确定。另外,您还可以单击全选,输入所需要的组分名即可,单击采用后可将空 白的组分清除。单击采用,工作站即自动弹出提交成功的对话框。如图 11-5 所示。点击 OK 按扭。



😪 浙河大学

图 11 - 5

5) 接下来进行因子校正:点击校正按扭,系统将跳出如图 11-6 所示窗口;点击组分含量, 当系统跳出如图所示对话窗口时,分别输入样品重量、HQ 及 HL 的标样中各自含量:100.1, 2.82,11.6。并点击 OK 按扭,如图 11-7 所示:



6) 单击采集标样数据,或者单击加入标样,根据工作站弹出的对话框中选择标准样品(VE标样1.DAT),
如图 11-8,图 11-9 示,您可以根据需要输入组分含量并采集标样或重复读入标样,直至您点击校正完毕按钮(如图 11-10)来结束这个校正过程。

新浙江大学



若此时进行采集标样,则系统将标样谱图保存在标样设置保存路径下。

第四步: 校正完成后,工作站将自动给您计算出校正因子,并绘出校正曲线,如图 11-11 示。



图 11 - 11

本工作站可进行多点校正,包括平行多点校正,具体如何进行校正,请参看校正章节。

到此为止,我们已经计算出校正因子,如无必要,你即可点击另存<sup>男存</sup>按扭,将此方法取名保存,以便 以后之用。否则,你还需要进行以下的报告编辑及仪器条件的设置。 第五步 编辑实验报告:

1). 点击报告编辑,选择报告内容一项,我们在这需要打印积分表、积分结果表、组分表、积分方法、仪器信息及系统评价,结果单位为%,因此选择这些所要的项目。如图 11 - 12 所示:

♥>淅ジナ学

欄图尺寸 機图尺寸 機告内容 備態显示	8.1005
▽ 积分方法	Tiller anno.
▽ 积分表	
一时间程序表	
▽ 組分表	1
▽ 叙麗信息	
▽ 系统评价	
分析结果单位。 [*	

图 11 - 12

2). 选择所需的实验信息:点击实验信息,我们希望打印实验单位、时间、日期、简介及实验人姓名,因此我们选择这些项目。如图 11 - 13 所示:

15円存   1日期長示   1回/万町 実验信息	REAL PROPERTY IN PROPERTY.
医输入组名	Tither and a
实验单位	
实验日期	
实验简介	1000 2000

🛃 11 - 13

3). 谱图显示:点击谱图显示,我们希望打印时谱图显示保留时间、基线显示,选择这两项。如图 11 - 14 所示:

新河外学

→ 個限尺寸 面層/页即 字验信息 报告内容 通图显示 「 网络显示	
₩ 基线显示	••••••••••••••••••••••••••••••••••••••
注释内容 C 峰名 C 峰高	
☞ 保留时间 ← 含重	
← 解面积 ()(无注释)	

图 11 - 14

- 4). 对于页眉/页脚、谱图尺寸,我们以默认方式打印。
- 11. 仪器信息:点击仪器信息,输入所操作仪器的相关信息。如图 11-15 所示:

仪器型号	DLC-20	梯度方式 检测器
柱温(℃)	25	#田, 紫外
柱里号		康长(ma) 254
-		
采样控制」积	分 超分表 顧	图显示】报告编辑仪器条件
采祥控制] 积 *******	分. 超分表 顧 PPRES D. D	图显示] 报告编辑_仪器条件
采样控制] 积 ****	分 <u>胡分表</u> (1998年)	图显示] 报告编辑 仪器条件
采样控制] 积 *****	分 超分表 [編] [HHEE] []] []] []] []] []] []] []] []] []]	图显示]报告编辑_仪器条件
采祥控制] 积 ************************************	分. 超分表 顧 中間 10.00 10.00	图显示]报告编辑_仪器条件

图 11 - 15

第六步: 接下来, 您就可以直接利用工作站给您做出的校正因子进行样品分析了。在参数表中输入样品重

浙江大学

量(100.6), 在单击采用确认(如图 11-16 所示)后, 再单击数据采集,工作站就直接给您计算出结果, 并 打印出报告。

全部計画 5 70.000 100.6 5000.000 0.000 0.000 0.000	时间	峰寛(9)	斜車	样品重量	最小面积(aV+a)	时间受参(min)	校建时间 (aia)	漂移
	全部时间	5	70.000	100.6	5000,000	0.000	0.000	0.000

### 图 11 - 16

为下次做同一种样品时操作方便,我们将此操作过程另存为一个方法,命名为用面积外标法测杀菌剂(已计算校正因子).MTD;点击另存按扭,出现如图 11-17 所示窗口时,输入面积外标法测杀菌剂(已计算校正因子),点击保存即可。

另存为	? 🗙
保存在 (I):	🔄 祥品 💽 🖛 🗈 📸 🖽 -
🔂 01. mtd	🔤 外标法测甲胺磷(已校正因子). 🖷
🔂 li.mtd	
🚾 w. mtd	
🔂 ww.mtd	
🔟 yu. mtd	
文件名(图):	面积外标法测杀菌剂(已计算校正因子)  保存(S)
保存类型( <u>T</u> ):	*.mtd

图 11 - 17

附实验报告:

会浙江大学



## 第十二章 在线色谱工作站用内标法测样品—多点校正

例:标准样品1的配制:精密称取98.54mg VE标准品(含量为99.3%)于100ml 容量瓶, 用含 1mg/mlC32 的正己烷稀释至刻度。可算出 VE标准品的浓度(即标浓度1)为 0.9785mg/ml;

标准样品 2 的配制:同理,精确配制 VE 样品的浓度(即样品量)为 1.0244mg/ml,用含 1mg/mlC32 的正己烷稀释至刻度。

标准样品 3 的配制:同理,精确配制 VE 样品的浓度(即样品量)为 1.1363mg/ml,用 含 1mg/mlC32 的正己烷稀释至刻度。

样品为任一 VE 样品溶液,内标物同为 1mg/mlC32 的正己烷。

操作步骤:

第一步:首先对 VE 样品进行多次采集标样,以便获得谱图数据,详见第六章。

第二步:在实验信息里输入相应的信息(也可以省略),如图:

只能信息 为诸 教祭采集
R848. 1178323914-5-5158
实验人姓名: 25世纪 实验时间:2002-08-08
其能单位:   推正大学分析测试中心
使用方法:Cl\Facgram Files\请正大学错数:保意工程研究用\BD000 色藏工作论\Chamell.wid 实验第六:
1

第三步:单击方法,编辑积分参数,单击左下角.积余,进入如图所示:

110    1225143)   11年   14641122   11100011147943  232222523   京和世紀2   1110001    1110001    1110001    110001	4 800 7 808	80 C C	9748 10-03 10230-08 104016	с них с них			
全部2214221	010	and a	1117	NAME OF COLUMN	県土田田16746	RANNE Game	(any real of
11月1日 11月1日(1977年)(1983年) (1994年) (1994年) (1994年)(1995	*Alexy)	- N	TE, 000	300,00800	10,000	0,000	P. 0
	Cual Bills	SERVIC	m#	1848		TANK CALL	(and the set

新河外学

第五步:编辑组分表,单击左下角组代表,进入如图所示:

14	10.6 17	National	International Constitution	presse	PANEE	101年1	714
130			10.19915			1002	10
							310
							412
							- 10.0
L:						1.5	-
1,000							2.000
100							1.2.28
000							O.BES
-000							
100							

单击右边按钮 ; 调入以前所做的 VE 标样谱图 'VE 标样 1.dat', 如图所示:

打开			2 2
<b>狭寻(1)</b> :	do cument	٠	1 🖬 🗖
■ve振祥1.6 ●ve振祥2.6 ●ve振祥3.6 ■ve標祥3.6	at lat lat		
文件名 (J):	<b>▼</b> ●标样1		打开(0)
(1) 盛类特文	*. dat		東洲

单击 打开 [0] 之后,进入如图所示:



分析ジナ学

王安信息 方注 數据采集



### 注明内标峰、内标物量、样品名称,如图所示:

序号	峰名	保留时间(min)	时间宽度(nin)	内标峰	内标物纯量	因子1
1		0.382	0.175	否	0.0	0.0
2	内标物	9.390	0.867	是	1	0.0
3		11.907	0.700	否	0.0	0.0
4	ve样品工	15.473	1.433	否	0.0	0.0



/ 38 🖽 💧 单击右边按钮

	OK
、提示:	

_ <b>v</b>	<u>1</u> 770	<b>,</b>	Ш:

OK		Î
1.4	│, 単击╘━━━━┣╚━━	ļ

,设定成功,

如图所示:

序号	峰名	保留时间(nin)	时间宽度(nin)	内标峰	内标物纯量	因子1
1	内标物	9.390	0.867	是	1.00000	0.000E+000
2	ve样品	15.473	1.433	否	2 0.00000	0.000E+000

# 单击右边按钮\_\_\_\_\_\_校正\_\_\_, 进入下一步校正。

第六步:进行校正。在上一步单击校正之后,出现如图所示:



☞淅ジナ薯

1       1         1       1
■488 100 100 100 100 100 100 100 100 100 1
加入标样 , 调入 VE 标样谱图 ' VE 标样 1.dat ', 如图所示:
第一回     回     回     回       ● veff#1     ● veff#1     ● veff#1       ● veff#1     ● veffl#1     ● veffl#1       文件名 回     ● veffl#1     ● veffl#1
ホ U 少 , 第 二 版 I X II I I I I I I I I I I I I I I I
· ##品重量: 100.0 重复次数: Ⅰ ÷ OK Cencel , 単击左下角'OK', 单击按钮 加入标样 , 调

创建时间: 3/1/2001 2:56 PM 浙江大学智能信息工程研究所 页

第 90 页 共 86

浙江大学

入 VE 标样谱图 'VE 标样 2.dat', 单击右下角按钮\_\_\_\_\_\_, 第二点校正完成。

第八步:第三点校正,如第七步所示,在组分含量表里输入数据,如图所示:

late.	laal - I	
MDG	23.4	
前期	1	l
「日本日」	1.1303	l
		100

如第七步所示完成上述步骤, 调入 VE 标样谱图 'VE 标样 2.dat ', 单

击右下角按钮\_\_\_\_\_\_,第三点校正完成。如三点校正还不够,步骤同上。

第九步:在完成上述校正步骤之后,出现如图所示:

1.20			<b>福计会堂</b>
4.7100			(177-3612)
1,000			1.5860
			20034
700			2011/12/0
<u>2</u> m			10000
¥			W.EWPS
			法律犯王
			22.02.
-		2 2	F
	-	F	
E 1 2 3 4		11 12 13 14 19 18	07.18.18
1 1 2 3 4	A A T A 4 38	<u>,</u>	rr 10 10

单击按钮\_校正完毕,校正曲线完成。

第十步:完成上一步操作之后,进入如图所示对话框:

内标物无校正曲线;而点击右上角'VE标样'就能看到校正曲线,根据需要我们可以在右

下角图表 (( 张制过零 )) 进行选择强制过零或否。

浙江大学

宗影保思 方法 数据讯集	
新林史 <u>国</u> 州 泉武 白重 新相重量	[八相告 1254年
No. In International Internati	
	12 建制过度
第件控制 6.4 単分素 約丁論性 単形型形 相名編集 分量多件	

第十一步:完成上述步骤之后,我们就可以进行采样分析了。如图所示:

						- 18	TO ALC
-						- 18	100.000
20.						- 18	-
							4.5%
20						- 18	1154
+2.							240
						- 11	
						- 11	
	 	 	_	_	_		

单击右边按钮 采集数据 就可以采样了。

最后采样完毕,如果你需要对方法进行保存以便下一次调入方法直接进行采样,单击按钮 -575

,对刚才所做方法进行保存,以后作同样的测样直接调出方法即可。

浙江大学

## 第十三章 在线色谱工作站用外标法测样品—多点校正

例:1、配制含甲醇 0.03mg/ml、异丁醇 0.03mg/ml 及异戊醇 0.03mg/ml 的白酒标液 1;

3、配制含甲醇 0.06mg/ml、异丁醇 0.06mg/ml 及异戊醇 0.06mg/ml 的白酒标液 1; 样品分析:任取一种白酒进行色谱分析。

操作步骤:

第一步:首先对白酒标样进行多次采集,以便获得谱图数据,详见第六章。

第二步:在实验信息里输入相应的信息(也可以省略),如图:

REAME: FER	FREE READORS	
第四方法・01050000 Fi344 実施第年(	ACAVERSING AND STRUCT	eilland
ni Bill Weisse Afrikansen Nacht all Hankansen	■: 201223月2回: 2012233 単成) 24.	I

第三步:单击 方法 ,单击采样控制,根据需要设定采样时间为20分钟(如果你不确定 可以设置大一些),保存方式、保存路径自己设定。一切设置好之后单击 不用 。 第四步:编辑积分参数,单击左下角 积余 ,进入如下图所示:

选择外标法之后,单击 🖌 🕅

101步第 1 百年 1 末度		新計加 「日一 「根王 「内朝	6 19-19 19	in Mediti Ci Kanta			
0	10710		H#	件品業業	· 建立面积Laveal	NICE AND	(ecgatilit)
ACCE N	100		10,080	305.30000	15,309	0,000	0,08
	14						+
Disal	19211		H¥	30	単行面積したのは	at Diff # (au)	HERE'S

第五步:编辑组分表,单击左下角组代表,进入如图所示:

创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页 浙江大学智能信息工程研究所

☞ 淅ジナ 筆 N2000 色谱工作站操作说明书 THER IT DECK 758.5 OAM STREET, MARTIN DALERCK 1971 PIRE 20 Mile Q = A 1.00 100 2011 2011 2010 2010 111 .... HEALTHN HAA PRESIDENT AND AT AND A 单击右边按钮 ; 调入以前所做的白酒标样谱图 ' 白酒标样 1.dat ', 如图所示: ? × 打开 搜寻 (I): 🔄 document -E 🗹 📸 🛅 ■白酒标样1.DAT ■白酒标样2.dat 文件名(M): 白酒标样1 打开(0) 文件类型 (I): 🗼 dat -取消 单击 打开 (1) 之后,进入如图所示: 二轮集团 市场 把建制路 可加入 al MARCE (and ) 1944 1410 \*1#M 西南北 @## Sciat. 101 110 小 総議予定 ご 主席程 ド 会議務件 单击右边按钮 😢 全选 ,如图所示: REAR 24 BERR **二福**人 MTL A THOMAS STREET, LASS | 720 7.818 riant. 100 1,950 4,528 2 0.0 3.) (Kin 1, 101 10 0.000 8.0 1.18 0.980 8 3.0 8.22 ž 1.081 0.042 1.1 1.0 11 2015 1.141 0.242 12 30.0 8.0 0.000 2 3.0 1.100 ж 140 MINTS I BREAL BO MAN TOTAL AND SAMATIMET

在峰名一栏里输入相应的峰名,如图所示:

浙江大学

## N2000 色谱工作站操作说明书

序号	峰名	保留时间(min)	时间宽度 (min)	内标峰	内标物纯重	因子1		
2	中族	0.523	0.058	否	0.0	0.0		
3		0.765	0.083	否	0.0	0.0		
4	P8	1.740	0.150	否	0.0	0.0		
5		2.651	0.242	否	0.0	0.0		
6	另丁醇	3.140	0.242	否	0.0	0.0		
T		3.765	0.215	香	0.0	0.0		
8	导位静	7 190	0.700	否	0.0	0.0		
单击右计	カ按知 🗸	<u>彩</u> 用 出:	四如下提示	251 m	akter	ı	QK	设定成功

如图所示:

序号	峰名	保留时间(min)	时间宽度(nin)	内标峰	内标物纯量	因子1
1	甲醇	0.523	0.058	否	0.00000	0.000E+000
2	异丁醇	3.140	0.242	否	0.00000	0.000E+000
3	异戊醇	7.190	0.700	否	0.00000	0.000E+000

单击右边按钮 整 校正 ,进入下一步校正。

第六步:进行校正。在上一步单击校正之后,出现如图所示:



单击右上角 组分 之 , 在组分含量表里相应输入数据, 如图所示:

新河外学

RHARE N	1			1	
1008 BB			组分含量		
FB 0.0			查看基线		
Acta 0.0			采集标样		
			放弃采集		
			停止邪氛		
			加入桥样		
			校正完毕		
			放弃校正		
REAR IS O REAR P =	_		重复次数:		
H feed	単击左下角按钮	OK ,	1	单击上图的	的按钮

加入标样 , 调入白酒标样谱图'白酒标样 1.dat', 如图所示:

IT III IIII IIII IIII IIIIIIIIIIIIIIII		<u>? ×</u>
搜寻 (I): 🛛 🔂 document	- È 🗹	
• 白酒标样1. DAT		
🖻 白酒标样2. dat		
文件名 (M): <b>自酒标样1</b>	ŧ	打开 (0)
文件类型 (I): 🛛 🗱 dat	•	取消

打开 (1) , 单点校正完成。

第七步,第二点校正,单击右边按钮组分变型,如第六步所示在组分含量表里输入数据, 如图所示:

浙江大学

2928B			
EXS	181		
<b>F</b> B	1.8		
青1章	1.8		
Ans	1.04		
11123			
488#	100 BRAR 000		
1	1 Earsi		
	and the statement of	』,单击左下角'OK',单击按钮,调入白酒标样谱图'E	白酒

标样 2.dat ', 单击右下角按钮 打开 ① , 第二点校正完成。如两点校正还不够, 步骤同上。 第八步: 在完成上述校正步骤之后, 出现如图所示:



单击按钮\_校正完毕,校正曲线完成。

P1000000000000000000000000000000000000	INFORMATION         INFORMATION	and the second second	1100	B.E.	1.0	纤维囊瘤	100
94941 Th 2004, 552 4.000 200.000 9990724484 (NE) y*=*4, #4.000 1.700/001 100	9494L FR) 2004, 022 4.300 200,000		17808. IS	13476.783	1.000	300.000	第一日
BERITARE (NE) years, estimation, estimation	98022400 (NB)		74740.57	0 269%, 683	8.3400	200, 080	
				- 19(1)	EANIE CANE	phane, with the contract to real code	
	10.	3.06					
		1.0	-		_	ation at an at our select	

创建时间:3/1/2001 2:56 PM 页 浙江大学智能信息工程研究所

浙江大学

第十步:完成上述步骤之后,我们就可以进行采样了。如图所示:

					13	
40						
-						1 2017
10						1215
-						148.8
						4.53
-						STREET
						266
-						
	-	_	 	 	 - 5	

单击右边按钮 采集数据 就可以采样了。

最后采样完毕,如果你需要对方法进行保存以便下一次调入方法直接进行采样,单击按钮

🔜 , 对刚才所做方法进行保存 , 以后作同样的测样直接调出方法即可。

浙江大学

## 第十四章 在线工作站用校正归一法测样品浓度

例:甲醇 0.24%、乙醇 97.7%、异丁醇 0.35%、异戊醇 0.46%、杂质 a0.39%、杂质 b0.44%、 杂质 c0.42%

样品分析:任取一种白酒进行色谱分析。

操作步骤:首先对白酒标样进行多次采集,以便获得谱图数据,详见第六章。

第一步:打开在线色谱数据工作站,先选择需要打开的通道,如通道2,如图:



第二步:在实验信息里输入相应的信息(也可以省略),如图:

法定保存 法法 數重完成	
REAR DRIG-BERGAR	
第編人社長: 15-11·11 第編単初:2005-08-10	
深動變量: [新正大学分析/附氏中心	
使用方法-Civingua File/JRL大学被教师是工程研究所UB000色桌工作说·Causell.att 实验简介:	
и так на Данти. Ятак на ядан на фал на фан на фан на фан на идоб: съ-товаловано.	
1世255 <b>四百</b> 五百章	
第三步:单击 方法 , 单击采样控制, 根据需要设定采样时间为	20 分钟(如果你不确定
可以设置大一些),保存方式、保存路径自己设定。一切设置好之后	→市

第四步:编辑积分参数,单击左下角积全,进入如下图所示:

选择校正归一法之后,单击 🗸 衣用

😪 浙河大学

8008 108 118	1000	- 大田 日一頃 日本初一法 「林徳	cinta cinta			
en a	東山	71.00	-	#1681.000	R B R M Intel D. Ott	NERSES.
TH Intel 14	@ lal-	781	29	-	REFE	URLINE

# 第五步:编辑组分表,单击左下角组代表,进入如图所示:

FIL .	44	12	[WIREHTOWN]	HINNER LALL	1764	内石和地藏	四子1	2100
			1				1	21986
								5.00
								9 II
								社会
								Contractor of
							1	2010
							1	
1/=								C 7087
11 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 12 1								(二) 花田市 「 全集程 5 目日満 8
1,00							<u> </u>	「花恵本」 「全集程」 を回映酒
							<u> </u>	「花田本 「全集程 を回映満

单击右边按钮 ; 调入以前所做的白酒标样谱图'白酒标样.dat', 如图所示:

體尋(U):	🔄 document		
二洋品	TAC		
	arres .		
文件名(2):	白硼棕样	_	打开(1)

单击 打开 (1) 之后,进入如图所示:

♥>淅ジナ学



## 在峰名一栏里输入相应的峰名,如图所示:

序号	峰名	保留时间(min)	时间宽度(min)	内标峰	内标物纯重	因子1
2	甲醇	0.525	0.060	좀	0.0	0.0
3	乙醇	0. 188	0.087	否	0.0	0.0
4	杂质1	1. 735	0.147	좀	0.0	0.0
5	异丁醇	2.658	0.240	否	0.0	0.0
6	杂质Ъ	3.138	0.240	否	0.0	0.0
7	杂版。	3, 165	0.273	否	0.0	0.0
8	异戊醇	T 185	0.720	否	0.0	0.0

	Caline X
	提交成功:
单击右边按钮 🔽 飛用 , 出现如下提示:.	

如图所示:

序号	峰名	保留时间(nin)	时间宽度(min)	内标峰	内标物纯量	因子1
1	甲醇	0.523	0.058	否	0.00000	0.000E+
2	乙醇 12-	0.765	0.063	否	0.00000	0.000E+
3	杂费a	1.740	0.150	否	0.00000	0.000E+
4	异丁醇	2.657	0.242	否	0.0000	0.000E+
5	杂质b	3.140	0.242	否	0.00000	0.000E+
6	杂质c	3.765	0.275	否	0.00000	0.000E+
7	异戊醇	7 190	0.700	否	0.00000	0.000Et

# 单击右边按钮 乾正 ,进入下一步校正。

第六步:进行校正。在上一步单击校正之后,出现如图所示:

**创建时间:**3/1/2001 2:56 PM 86页 浙江大学智能信息工程研究所

第 101 页 共

新河外学

单击右上角组分合量	, 在组分含量表里相应输入数据	, 如图所示:
组分含量表	X	
组分名  含量	1	组分含量
<b>甲醇</b> 0.24   乙醇 97.7		查看基线
杂质 a 0.39		
<b>异丁醇</b> 0.35		放弃采生
<u> 杂质c</u> 0.44 <u> 杂质c</u> 0.42		(向止:20年)
异戊醇 0.46		
		校正完毕
		放弃校正
		重复次数:
UK		1

单击按钮\_\_\_\_\_\_, 调入白酒标样谱图'白酒标样.dat', 如图所示:

打开					? ×
搜寻(L):	🔄 document	-	<b>E</b>	2 🛃	
□ 样品					
	DAT S				
文件名 @):	白酒标样		_	打开(	0)
文件类型 (I)	:   谱图数据 (*. dat )		-	取消	i

考外标法或内标法多点校正。

第七步:察看校正曲线,即可开始采样,

浙江大学

20 78 40					2018 (\$4)
25					HE2
36					1011
					RAI

单击右边按钮 采集数据 就可以采样了。

最后采样完毕,如果你需要对方法进行保存以便下一次调入方法直接进行采样,单击按钮 , 对刚才所做方法进行保存,以后作同样的测样直接调出方法即可。

新河大学

# 第十五章 N2000 色谱工作站日常维护

### 12.1 峰处理参数的设定

工作站出厂时给的峰处理参数处理大部分色谱峰。但是,如果色谱峰处理不好时,请参 照下表设定峰处理参数。

项目	内容	处理方法
1	检测不出微小峰	减小斜率值 ,直至检出为止 ,如还不行 ,
		减小峰宽值。
2	将1个峰分成2个以上的峰	增大峰宽值,直至峰处理正常。
3	基线出现漂移,对后出的峰不进行检测	将变参时间正确设定为峰宽变为2倍时
	时	间
4	检测不出后出的宽峰、或在出峰的途中	减小斜率值,直至检出为止;将变参时
	积分结束	间正确设定为峰宽变为 2 倍的时间
5	想将基线画法变更时	将漂移设置为合适的值
		除去分析开始时的不需要峰,设置合适
6	想除去不需要的峰、除去独立的负峰时	的锁定时间 ;要除去分析途中的不需要
		峰时,可使用时间程序中的锁定功能

### 12.2 N2000 工作站日常故障排除

当色谱工作站出现异常现象时,请按下述方法处理。如还无法解决,请与代理商或与厂 商联系。

项目	内容	处理方法
1	工作时,经常死机	<ol> <li>1. 电脑感染病毒,请用杀毒软件杀毒。确认计算机无病 毒后,重新安装色谱工作站。</li> <li>2. 内存不足,增加内存或删除部分其他软件。</li> </ol>
2	工作时,发现色谱工作 站无法采样(按下摇控 制开关分析时无信号)	<ol> <li>1.检查计算机后面的联线是否松开,请拧紧所有固定螺 丝。</li> <li>2.检查串行口设置是否正确,更改串行口设置。</li> <li>3.数据采集线是否完好,更换数据采集线。</li> </ol>
3	点击校正时不起作用	<ol> <li>1. 所选用积分方法是面积(高度)归一法;请选择您所要的积分方法;</li> <li>2. 在查看基线的同时,进行校正;请先停止查看基线再进行校正;</li> <li>3.</li> </ol>

副浙江大望

## 附:有关 N2000 色谱工作站样品重量的输入几点说明

### 一、校正面积归一法

对于总量不是 100%的分析,应用比例因子的校正面积归一法,将比例因子或总量百分数设置入"样品重量"参数。例如分析时有 12%的组分没有测到(没出峰),则出峰总量是 88%,这时可设置**样品重量 = 88。** 

## 二、外标法

样品重量参数的设置,为了便于说明,以单点校正方法的计算式为例:

1) 如果分析未知样品时与校正时计算 F1 的样品重量值相同,则结果表中组分含量单位与 计算校正因子时的组分单位相同,而与样品量的单位和数值无关。

2) 在校正分析时,若设置 SPL.WT=100,组分的 C1 项用绝对重量(或体积)表示,而在 未知样品分析时将 SPL.WT 设置为样品的实际重量(或体积),则结果以百分含量表示。

3 ) 如果在校正分析时,也输入样品量,则 ID 表的浓度项必须是百分含量,不能是绝对含量。

4) 浓缩样品的分析:将浓缩因子乘以样品量后的值设置为样品重量,则可得到原始样品中的组分含量。

### 三、内标法

1) 内标量 IS.WT 的设置

用所加入的内标组分的绝对量来设置。不过在校正分析时,内标物浓度在 ID 表中的 设置,只须使 IS.WT = 1。

例:10UL,2NG/UL的内标 样品

则 IS.WT = 20NG

2)、样品量 SPL.WT 的设置

用加入内标组分之前的量作为样品量 ,原则上 ,应该用与内标量相同的单位 ;若不同 ,则结果以一个新的单位表示。

例:0.5G内标 2ML 样品 IS.WT=0.5G SPL.WT=2ML

则结果以 G/ML 表示。

浙江大学

### 第十六章 N2000 色谱工作站服务指南

为了保护您的每一分投资,浙大智能工程研究所向您提供一系列的服务与支持,我们十 分欢迎您来我们公司交流学习。我们的交通方法如下:

从火车东站坐28路、K28路、K599路或者从其他地方坐16路、15路、21 路到浙江大学玉泉学区,下车后沿玉古路往北走100M即到,只要您到浙江大学后,可 以打电话给我们,经便我们到校门口接您。

附:

 联系地址:浙江省杭州市玉古路 149 号国家大学科技园三楼 304 室

 邮编:310012
 传真:0571 - 87986339, 87983221

 联系电话:0571-87970882,87968803,87986337,87991175,87983221

 联系手机:013705712210

 电子邮件:sales@54pc.com & service@54pc.com & support@54pc.com

网址:http://www.54pc.com/