

测。图 6 比较了 UV230 与 UV200 检测器在小信号分析中的区别,可以看出 UV230 检测器具有极好的灵敏度能够满足高灵敏度分析的要求。

3.5 复杂混合物的分析

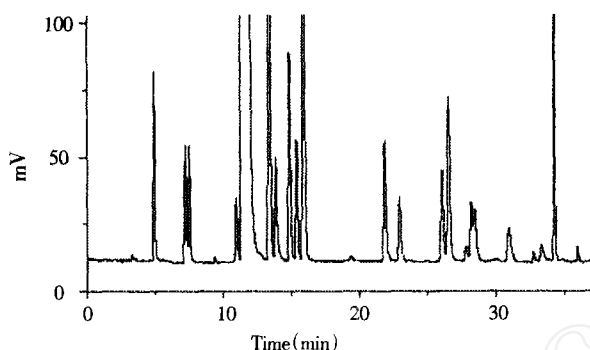


图 7 18 种氨基酸的检测

UV230 检测器能够满足 HPLC 分析中复杂混合物

的检测,图 7 是用 Elite-AAA 氨基酸分析系统分离的 18 种氨基酸的检测谱图。

4 结 论

采用穿透型氙灯和特制钨灯组成的高密度组合光源,保证了在系统工作波长范围内光能量分布均匀。采用封闭式光学系统和光纤传导技术,降低了传统紫外可见检测器光学系统结构的复杂性,减少了光能量的损失,提高了检测灵敏度,增强了光学系统的稳定性。

参考文献

- [1] 张玉奎,张维冰,邹汉法. 分析化学手册-液相色谱分册,北京:化学工业出版社,2000
- [2] Pichering, M. V. Diode Array; New Dimensions in Detection For High Performance Liquid Chromatography, LC-GC, V8(11): 846 ~ 852
- [3] Deland, Phil Raising the Sensitivity Benchmark in Diode Array Detection with Optical Improvements, American Laboratory, 1997, 12: 19 ~ 24
- [4] Shao Xueguang, Cai Wensheng. Wavelet Analysis in Analytical Chemistry, Reviews in Anal. Chem. 1998, VXVII(4): 235 ~ 285

高效液相色谱仪的研制与技术开发 ——色谱数据处理系统的研制

张云海 林从敬 洪群发 张庆合 李 彤 张维冰 张玉奎¹

(大连依利特分析仪器有限公司,中国科学院大连化学物理研究所 大连 116011)

E-mail: ykzhangl@online.ln.cn

摘 要 详细介绍了 EChrom98 色谱数据处理系统设计过程,包括软硬件设计和性能指标测试。整个系统采用模块化的设计思路,使系统具有较强的稳定性、可靠性、可维护性和可扩展性。

关键词 色谱数据处理系统;模块化设计;数据采集

中图分类号 TH831.4

Research and Development On High Performance Chromatograph ——A Chromatographic Data System

Zhang Yunhai, Lin Congjing, Hong Qunfa, Zhang Qinghe, Li Tong, Zhang Weibing, Zhang Yukui
(DaLian Elite Analytical Instrument Co., Ltd., Dalian Institute Chemical Physics, Chinese Academy of Science, DaLian, 116011, P. R. China)

Abstract In this paper, the design process of a chromatographic data system called EChrom98 is described in detail, including requirement analysis, hardware design, software design and performance test. The whole system adopts the thought of modularization design to make this system have better stability, reliability, maintainability and expansibility.

Key words Chromatographic data system; modularization design; data acquisition

1 引 言

数据采集与处理是色谱分析中非常重要的部分,

在色谱发展初期,一般由记录仪记录色谱信号,而由色谱工作者测量色谱峰,该工作不仅速度慢,劳动强度高且主观性比较强。随后在 70 年代初,积分仪的

收稿日期:2002-08-20

基金资助:国家“九五”科技攻关项目。

作者简介:张云海,男,硕士,大连依利特分析仪器有限公司,从事色谱数据处理系统研发工作。

通讯联系人:张玉奎,男,大学,大连化学物理研究所研究员。Email: ykzhangl@online.ln.cn

现代科学仪器 2002 5

9

出现大大提高了色谱分析的效率和准确性,但它仅能存储当前色谱图,用户无法对以前的色谱图进行再处理(如改变色谱数据处理参数等);而随着计算机技术的迅猛发展,基于 PC 机的色谱数据处理系统迅速发展起来,已成为色谱系统的常规组成部分。它不仅完全可以替代积分仪的功能,而且可以对仪器进行控制,自动存储,网上数据共享,生成图文并茂的用户报告等众多积分仪无法完成的功能。

目前国内色谱数据处理系统产品也不下十家,功能与性能指标方面的差异也比较明显,EChrom98 色谱数据处理系统作为国家“九五”重点科技攻关计划项目主要采用外置式工作模式,通过 RS-232C 串行接口与计算机进行通讯^[1],安装操作简易,避免了与计算机的其它硬件发生冲突;在数据采集时能对进样器、泵及阀进行实时控制,可实现自动进样,数据采集、泵及阀控制、数据处理、定性定量分析、数据存储、报告输出等分析过程的完全自动化;该系统采用面向对象分析(OOA)和面向对象设计(OOD)的软件开发方法模块化设计,可运行在 Win9x/Win2000/WinXP 操作系统之上,界面友好,操作简单,运行稳定,升级容易,可维护性强。

2 ECHROM98 结构设计

EChrom98 色谱数据处理系统的设计主要包括两大部分,即硬件部分和软件部分,系统总体结构框架

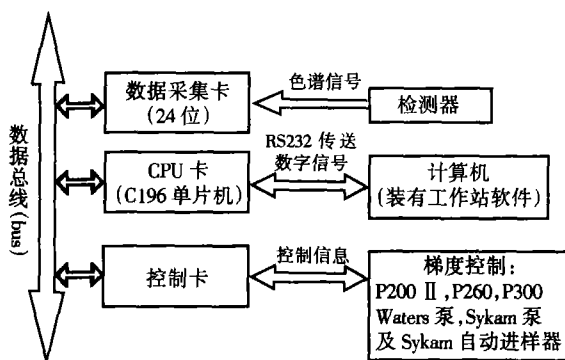


图1 色谱工作站主机总体结构图

如图1所示。主机采用总线插卡方式模块化设计,包括数据采集卡,CPU卡,控制卡及其将来其它扩充卡,数据总线采用 ISA 总线标准。数据采集卡将来自检测器的色谱信号转换成数字信号通过数据总线送到 CPU 卡保存,必要时将此数据传送到计算机,这样即完成色谱信号的数据采集;若要对仪器进行控制,则需要将控制信息经 RS232 口传送到 CPU 卡,再经数据总线送到控制卡对仪器进行控制。其整个数据采集和控制过程如图2所示。该设计简单明了,结构清

晰,易于系统维护和将来升级。

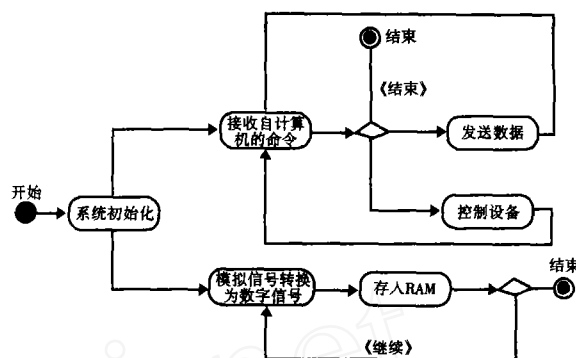


图2 主机运行状态图

3 硬件部分特点与性能指标

色谱工作站主机主要由以下各部分组成:80C196

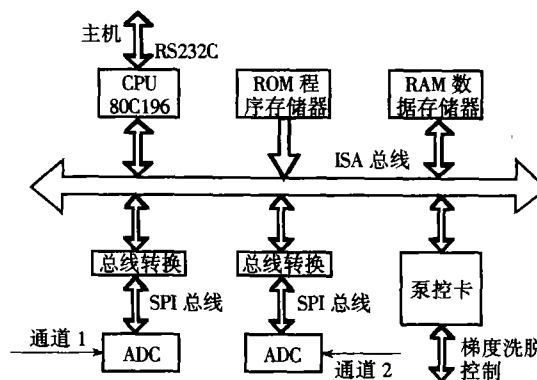


图3 硬件部分框图

单片机用于完成数据采集、数据处理、数据发送、接收命令字、控制设备等功能;ROM 和 RAM 存储器分别存储程序和数据;模数转换完成模拟信号到数字信号的转换;泵控卡进行梯度洗脱控制;SPI 和 ISA 总线。

数据采集过程如下:24 位模式 ADC 模块将模拟信号转化为数字信号,经过总线转换模块将串行数据转换为并行数据送到 ISA 并行总线上后,CPU 模块运行 ROM 里的程序将数据存到 RAM 中,随后在接到计算机的索要数据命令后,将数据经 RS232C 口送给计算机。要求将模拟信号转换成数字信号,并能通过外部接口送到计算机。要求数据采集卡应达到双通道,宽量程,高灵敏度的要求。控制过程如下:工作站经 RS232C 发送控制信息,CPU 模块接收到控制信息后直接经 ISA 总线将数据写入控制卡完成对色谱泵、自动进样器、阀等功能部件的控制,实现色谱分析完全自动化。

硬件部分性能指标如下:

采样速率:20 点/秒(0.05 秒/点);

量程范围: $-100\text{mv} \sim +2\text{v}$;
 信号灵敏度: $2\mu\text{v}/\text{字}$;
 积分灵敏度: $0.1\mu\text{v}\cdot\text{s}$;
 通道数: 单通道/双通道;
 数据位数: 24 位。

4 软件部分特点

软件部分的总体操作流程如图 4 所示。

整个软件部分采用面向对象的分析与设计方法完成,图 4 和图 5 为整个软件系统的层次结构图。第一层为图象化用户界面,包括各种用户操作菜单,如

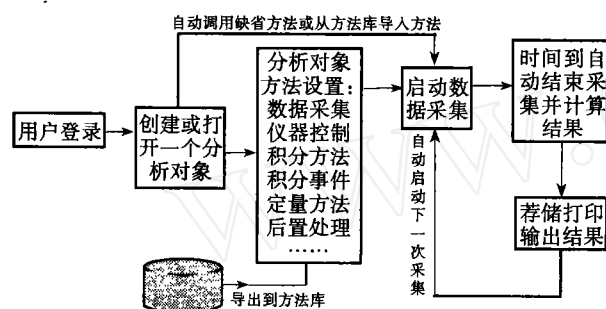


图 4 CDS 总体操作流程图

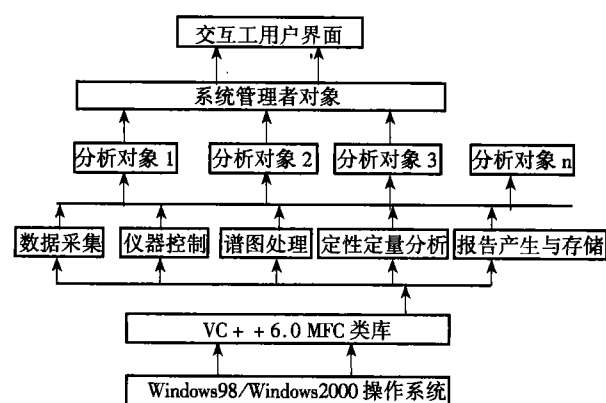


图 5 色谱工作站层次结构图

工具条、对话框、谱图窗口等,方便用户通过界面与系统交互并完成分析任务;第二层是系统管理者对象层,它主要负责完成系统设置、用户管理、分析者对象创建、分析者对象调入、分析者对象序列创建等系统管理功能;第三层为分析者对象层,系统管理者对象可以创建多个分析者对象,每个分析者对象都有自己的方法。分析者对象的方法设置好以后,就可以根据方法的设置进行自动分析,包括数据采集^[1]、仪器控制、数据处理^[2]、数据存储、定性定量分析,生成报告,网络功能等。分析者对象根据设置方法的不同自动进行外标、内标或面积百分比等定量方法选择并计算未知样品含量;第四层为功能模块层,每个分析者对

象都可以使用数据采集功能、仪器控制、谱图处理、定性定量分析、报告产生与存储等各种不同的功能模块等。最下面两层为 VC MFC 类库^[3]和操作系统层,其它层次的所有功能均需要 VC MFC 类库和操作系统的支持。

色谱数据处理系统软件具备下列功能:

定义色谱分析方法及相关信息方法库,用户可以将某些方法存入方法库,需要时直接从方法库中调用;分析对象序列功能可以为序列中的每一个分析对象定义自己的分析方法,使之按自己预先定义好的方法自动运行;实现了对泵、自动进样器、进样阀等部件的控制;色谱数据处理包括色谱积分和定量计算,保存色谱运行过程中及谱图再处理所产生的结果数据和其他信息;方便地将色谱图、积分结果、定量计算结果及其它信息输出报告;为进一步处理和管理试验数据,提供和其他应用软件或信息管理系统对接的数据接口,如提供 CDF 文件格式,将有关信息复制到剪切板等;用户管理功能,给不同用户赋予不同权限,高级用户可以进行色谱数据处理系统所具备的所有操作,而普通用户只能进行数据的访问和输出,以防止非色谱操作人员对色谱数据的删除和更改;工作日志,记录每次进入色谱数据处理系统的用户名称、登录时间以及该用户所进行过的操作。以保证数据的可跟踪性;网络支持功能:可以直接收发电子邮件,访问 Internet,在局域网内或在 Internet 上实现远程控制和数据采集;用户自定义打印报告模板使得用户能够以图形方式设计报告,报告可包括标题,样品的一般信息、实验条件、谱图、积分及定量分析结果等信息,用户可自行确定这些信息的相对位置,相对大小字体及颜色等。这些相互独立的各部分可以相加在一起,也可删除,甚至重新安排顺序并定位。一旦报告设计完毕,该报告即将存入特定方法,并成为用于特定分析类型的缺省(Default)报告格式。

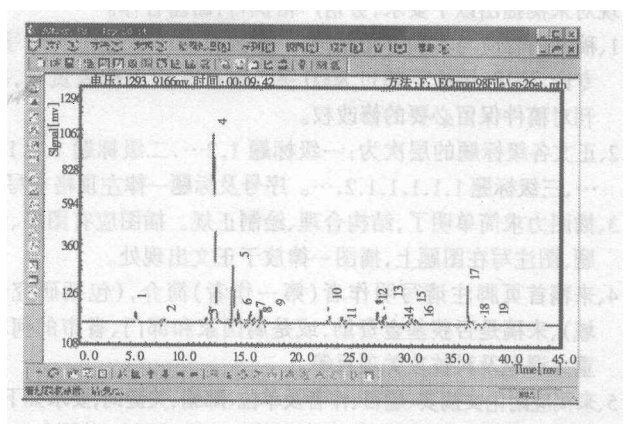


图 6 色谱工作站系统总体界面

5 工作站界面设计与性能测试

用户界面的设计,如 Echrom98 色谱数据系统的总体界面如图 6 所示:

对工作站输出信号的线性精确度和准确度进行了测试,在输入电压 0-2000mV 范围内,测定两台双通道色谱工作站输出电压,线性相关系数在 0.9988 与 1.0000 之间。两台工作站主机输入电压分别为 1085.10mv 和 1169.60mv 时,四个通道的相对误差分别为 -0.0347%, -0.9356%, 1.0187% 和 1.8270%, 11 次测定结果的变异系数(RSD)分别为 0.0019%, 0.0025%, 0.0015% 和 0.0020%。

结 论

色谱工作站的硬件和软件部分均采用模块化的

设计思路,不仅大大提高了仪器的可靠性、降低成本,更具备了维修方便、便于仪器功能扩展和升级改造等特点。特别是软件部分采用面向对象的分析设计方法,使该系统更易于用户理解,更贴近用户的现实使用情况,操作更简单,维护更方便快捷。

参考文献

- [1] 贺军,高胜友等译. Windows95 通信编程,北京:清华大学出版社,1997,32~64
- [2] 李浩春. 实用数据处理. 青岛:青岛海洋大学出版社,1993,118~135
- [3] 希望图书创作室翻译. Programming Visual C++ 6.0 技术内幕(第五版)北京:北京希望电子出版社,1999,27~887

《现代科学仪器》征稿启事

《现代科学仪器》是在国家有关领导人和著名科学家的指导和大力支持下诞生的。它是国内唯一的以介绍和评论国内外仪器为主的综合性科技期刊。读者对象为各行各业实验室、试验室、研究室应用仪器的科技人员及购置仪器设备的管理人员;从事高技术及其产品研制开发的科技人员;各级有关管理决策人员;大专院校师生等。涉及科技、医疗卫生、制药、农业、地矿、机械、电子、石油、化工、冶金、能源、交通、环境、建筑、轻工、商检、技术监督等领域。

征稿内容:

对国内外仪器进行综述和评论;及时介绍现代仪器国际前沿的动态和成果;报道国内外仪器研制成果,交流仪器升级改造、选购、选用和维护保养等方面的知识和经验;各种仪器的应用论文及仪器的介绍。

征稿要求:

为使本刊数据进一步现代化、标准化、规范化,并使其文献内容在大型集成化数据库中具有更好的可检索性和可评价性,现对来稿提出以下要求,务请严格执行,谢谢合作。

1. 稿件内容应与本刊方向相符,一般技术稿件不超过 4000 字,专论、综述、评论不超过 8000 字。稿件文责由作者负责,本刊对稿件保留必要的修改权。
2. 正文各级标题的层次为:一级标题 1,2..., 二级标题 1.1, 1.2..., 三级标题 1.1.1, 1.1.2, ...。序号及标题一律左顶格书写。
3. 插图力求简单明了,结构合理、绘制正规。插图应有图序、图题,图注写在图题上,插图一律放于正文出现处。
4. 来稿首页脚注请注明作者(第一作者)简介,(包括研究领域)、来稿是否获基金资助,或是属国家和部门、省市的何种重大课题及科技攻关项目等。
5. 来稿应附论文摘要、题目、作者及单位、邮编、关键词,要求如下:
 - a. 中文题名一般不超过 20 个汉字,必要时可加副题名。题名中应避免使用非公知公用的缩略语、字符、代号和公式。文章摘要应是全文内容的精炼缩写。

- b. 根据文章内容选择 3 个以上 8 个以下的关键词,多个关键词之间用“;”分隔。
 - c. 凡理论与应用研究学术论文,实用性技术成果报告,业务指导性文章均需附与中文内容一致的英文题目、摘要、关键词、作者单位和汉语拼音的作者姓名。
 - d. 作者工作单位直接排印在作者姓名之下,包括单位全称、所在省市名及邮政编码。单位名称与省市名之间应以逗号“,”隔开。整个数据项用圆括号()括起。英文摘要中的作者单位还应在省市及邮编之后加列国名,其间以逗号“,”分隔。
 - e. 为便于读者与作者联系最好在作者单位下加注 E-mail 地址。
6. 所投文章应说明中图分类号(据《中国图书馆分类法》可查到),写在中文关键词下面。
 7. 参考文献按在正文中出现的先后次序列于文后,未公开发表的文献不得列入;参考文献的序号左顶格,并用数字加方括号表示,如[1],[2],..., 每一条参考文献应在正文中有标注。各类参考文献条目的编排格式及示例如下:
 - a. 专著、论文集、学位论文、报告及未定义类的文献:[序号] 主要责任者. 文献题名或书名(若为学位论文此处注明[x 学位论文]. 出版地:出版者,出版年. 起止页码
 - b. 期刊文章:[序号] 主要责任者. 文献题名. 刊名, 年, 卷(期): 起止页码.
 - c. 国际、国家标准:[序号] 标准编号, 标准名称.
 - d. 专利:[序号] 专利所有者. 专题名. 专利号, 出版日期.
 - e. 电子文献:[序号] 主要责任者. 电子文献题名. 电子文献的出处或可获得地址, 发表或更新日期/引用日期(任选).
 8. 凡送审稿件务请一式两份寄至编辑部,并注明作者详细通讯地址、邮编、E-mail 地址及电话。凡已录用,通知作者修改的稿件,务请按本刊要求打印,并附对审查意见的修改说明,连同软盘一起寄至本刊。

稿件一经录用,本刊将赠送样刊、并酌付稿酬。