



戴安液相使用说明书之三

批 文 件 的 建 立

2005.2

.广州.

目 录

一 说明:	1
1、需要一个程序文件	1
2、需要一个方法文件	1
3、需要一个序列文件	1
4、注意事项	1
二 建程序文件	1
1、新建一个程序文件	1
2、选择仪器	2
3、柱温箱的设置	3
4、泵的设置	4
1) “Isocratic” 等度分析	4
2) “Ramp” 二元梯度分析	4
3) “Multi-Step Gradient” 多元梯度分析	5
5、自动进样器的设置	5
6、通道的选择	6
1) 设置每个样的采集时间段	6
2) 选择通道	6
7、柱温箱温度采集的设置	7
8、泵压力信号采集的设置	7
9、紫外信号的具体设置	7
1) 波长	8
2) 波长带宽	8
3) 参比波长	8
4) 参比波长带宽	8
10、其它输入输出信号的设置	9
11、设定完成的界面	9
12、程序的保存与预览选项	10
1) 保存	10
2) 预览	10
13、已设置程序的预览与修订	10
14、保存程序	12
15、命名和保存	12
三 建立方法文件	13
1、新建要求	13
2、新建	13
3、保存	15
4、保存原则	15
四 建序列文件	17
1、新建	17
2、选中仪器名	18

3、进行待测样品溶液的设置	19
1) 加入待测样品溶液名称	19
2) 加入待测样品溶液个数	19
3) 加入待测样品溶液进样次数.....	20
4) 设置自动进样器起始位置.....	20
5) 设置待测样品溶液进样体积.....	20
6) 确定 “Apply”	20
4、进行标准溶液的设置	21
1) 加入标准溶液名称	22
2) 加入标准溶液个数	22
3) 加入标准溶液进样次数	22
4) 设置自动进样器起始位置.....	22
5) 设置标准溶液的进样体积.....	22
6) 间隔进样	23
7) 确定 “Apply”	23
5、使用的程序、方法文件和报告模板的选择	24
1) 找出程序文件所在的路径.....	24
2) 选中相应的程序文件	24
3) 找到方法文件及所在的路径.....	25
4) 模板位置	25
5) 首选的通道的设置	26
6 序列的命名及保存路径.....	27
7 预览检查.....	28
1) 修改	29
2) 保存	29

一 说明：

要分析一批样品，需要三个文件来完成。

1、需要一个程序文件

规定测定这些样品时所用到的系统的条件。比如泵的流速、各通道的比例；自动进样器/手动进样阀的进样体积；柱温箱的温度；检测器的波长、测每个样品需要的时间等等，都得在程序文件里指定。

并非使用控制面板上的条件来做样（手动单个进样除外）。

2、需要一个方法文件

进样后，软件会自动采集到色谱图，需要一个方法文件对这些谱图进行处理。如积分、定性、定量等等。

3、需要一个序列文件

标样有多少个、样品有多少个，分别要进多少体积等等，都得在序列文件里指定。

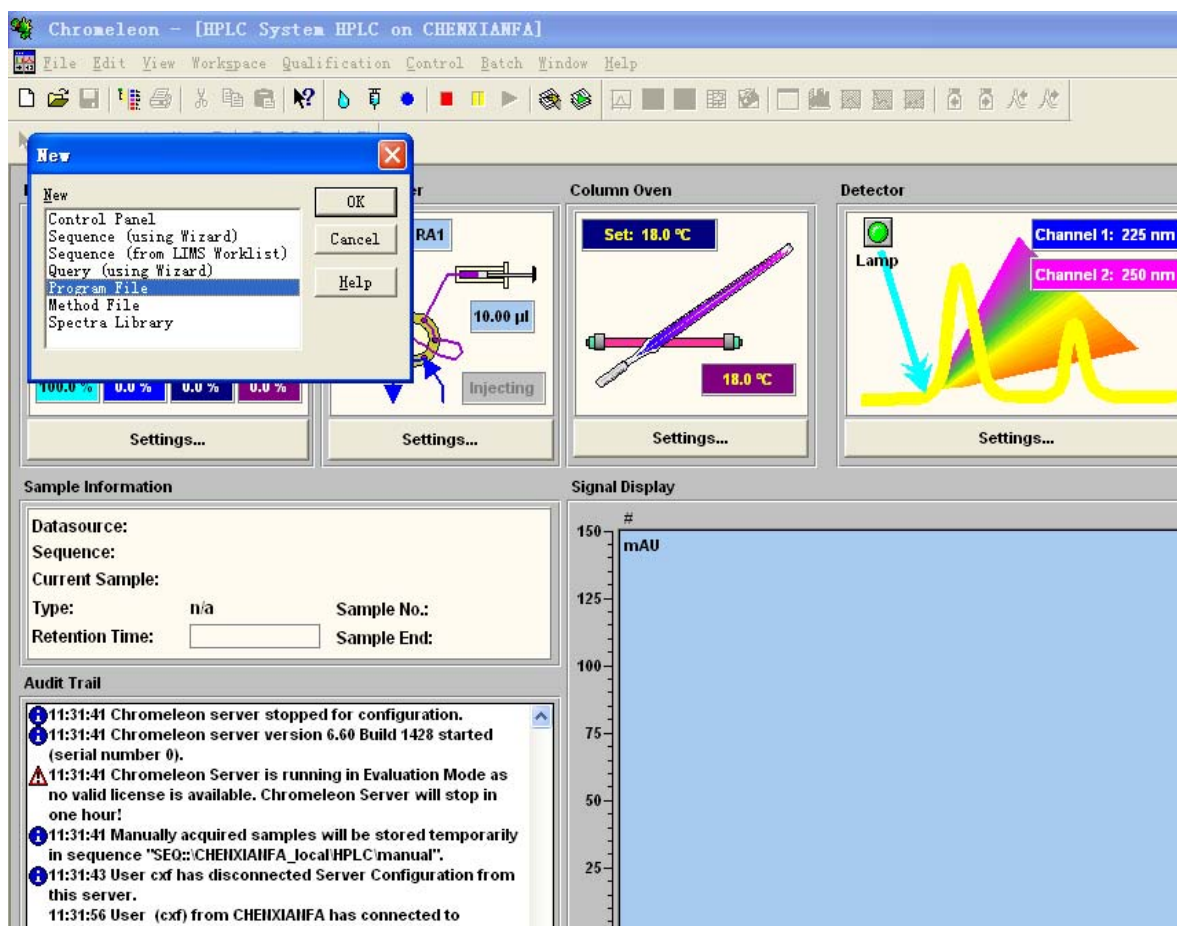
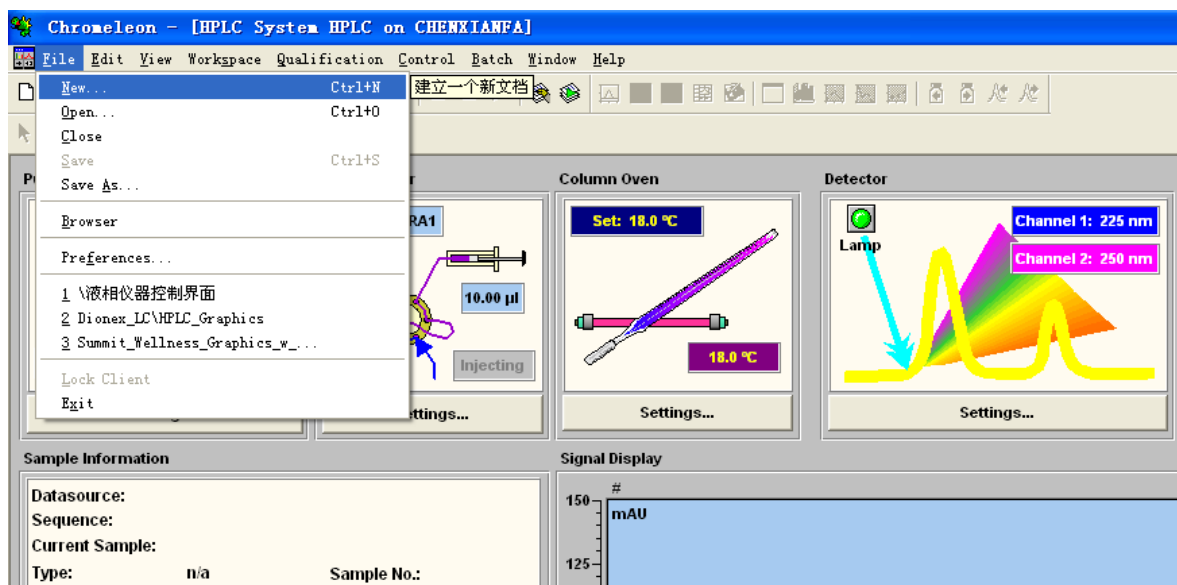
4、注意事项

- 1) 新建这三个文件时，序列文件要在最后建立。
- 2) 第一次分析某一类型化合物时，需要先后建立三个文件。若以后再分析此类样品时，则不需要再建这三个文件。
- 3) 本软件是将一个序列作为一个文件名，是采用数据库的格式存储数据的。一个序列文件里包含有程序文件、方法文件和序列的具体内容等信息。
- 4) 下面将分别描述程序文件、方法文件和序列文件的具体的设置。
- 5) 以下是以一个较全面的配置来讲述的（P680 泵、ASI-100 自动进样器、TCC-100 柱温箱、UVD 170U 检测器），不同客户需根据自己的实际情况参考。如果您的配置里没有其中某项的话，将会没有相应的设置。也就可以跳过相关的内容进行设置。

二 建程序文件

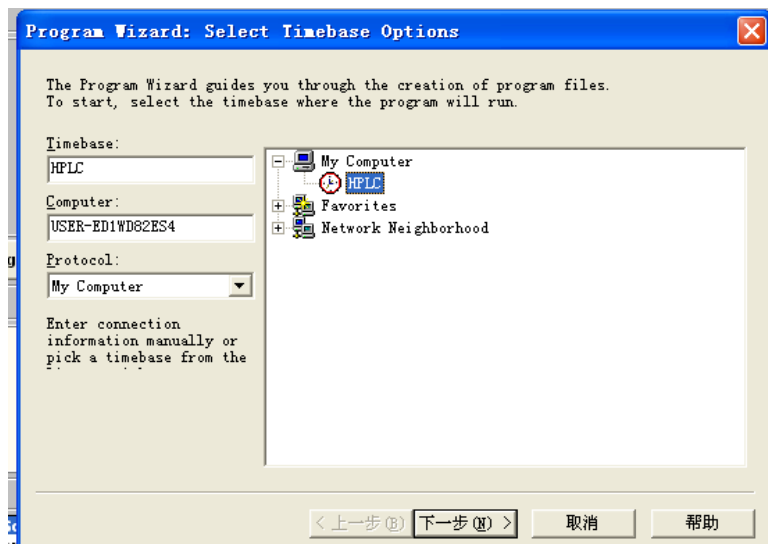
1、新建一个程序文件

如下图，新建一个程序文件，选中“Program File”后,按“OK”。



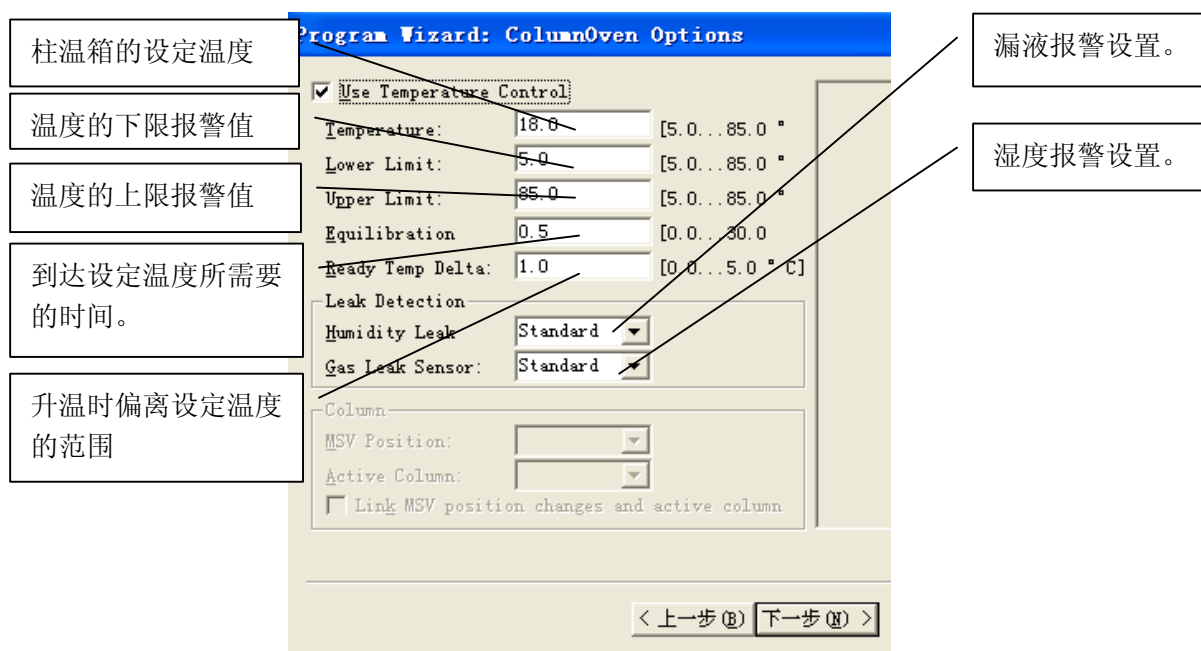
2、选择仪器

在跳出来的窗口中，用鼠标在“My Computer”下选择是使用一台叫“HPLC”的仪器。选中后再按下方的“下一步”，进行柱温箱的设置。



3、柱温箱的设置

若配置有 TCC-100 型柱温箱，则有设置此项。如下图：



若采用常温分析样品，而不需要对色谱柱进行精确控温的情况下，则不用在“Use Temperature Control”前打“√”。反之，则需要打“√”。

一般只需在“Temperature”后输入需要的温度后回车即可。其它各项均可采用默认值。

设定完成后，按“下一步”进行泵的设置。

4、泵的设置

如下图：在梯度类型“Gradient Type”右侧的下拉菜单下有三项可供选择。

1) “Isocratic” 等度分析

即用固定的流动相比比例和流速分析样品。

可输入各通道所放溶剂的名称。

压力上下限的设置

各通道的比例，等度分析时需设置。

流速的设置。

在中间的通道后面的方框中输入所用流动相的名字，如 A%: “甲醇”。

在右侧输入 B、C、D 的比例，则 A 通道会自动计算剩余比例，即 $A\% = 100\% - B\% - C\% - D\%$

在右下方“Total Flow Start”下边的方框中输入所使用的流速，如 1.0ml/min。

2) “Ramp” 二元梯度分析

即在做每一个样品的过程中要变化一次比例或流速，基本上不使用此项进样。

3) “Multi-Step Gradient” 多元梯度分析

分析复杂样品，为了使各组份达到理想分离，有时需要变化比例或流速，则需要采用多元梯度。

示意图如下：

Program Wizard: Pump Options

Gradient Type: Multi-Step Gradient

Solvents

Name	Type	Start	End
%A		0.0 %	0.0 %
%B		0.0 %	0.0 %
%C		0.0 %	0.0 %
%D		0.0 %	0.0 %

Pressure Limits

Lower: 0 [0...400 bar]

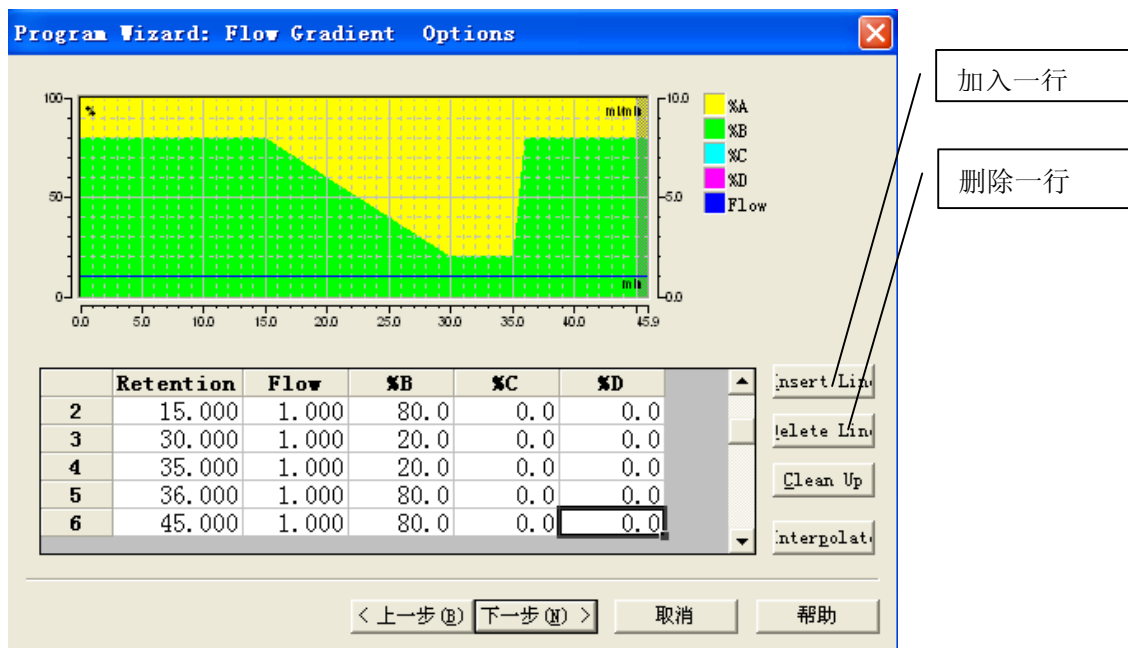
Upper: 400 [0...400 bar]

Total Flow

Start: 0.000 [0.000...10.000]

End: 0.000 [0.000...10.000]

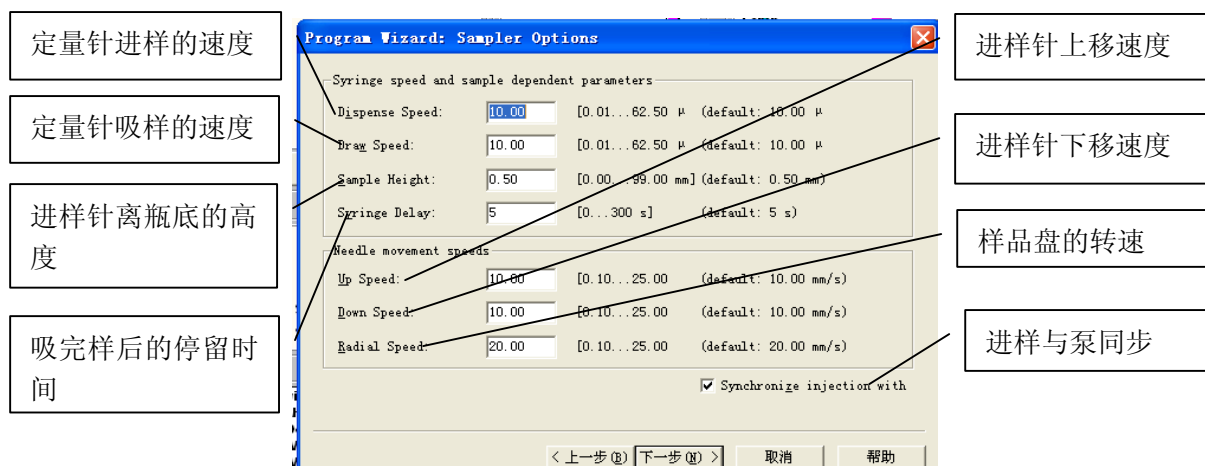
< 上一步(B) 下一步(N) > 取消 帮助



输入完成之后，按“下一步”。

5、自动进样器的设置

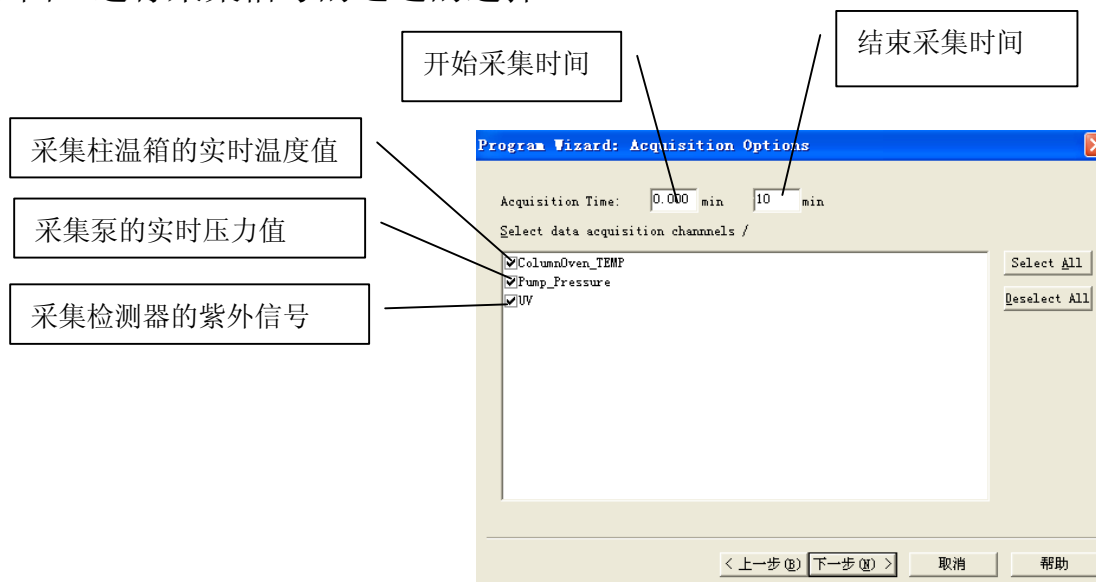
若采用的是 ASI-100 自动进样器，则需要进行此步设置，手动进样阀没有此项设置。



每一个参数值在后面的括号里都有一个默认推荐值（default）。

6、通道的选择

如下图：进行采集信号的通道的选择



1) 设置每个样的采集时间段

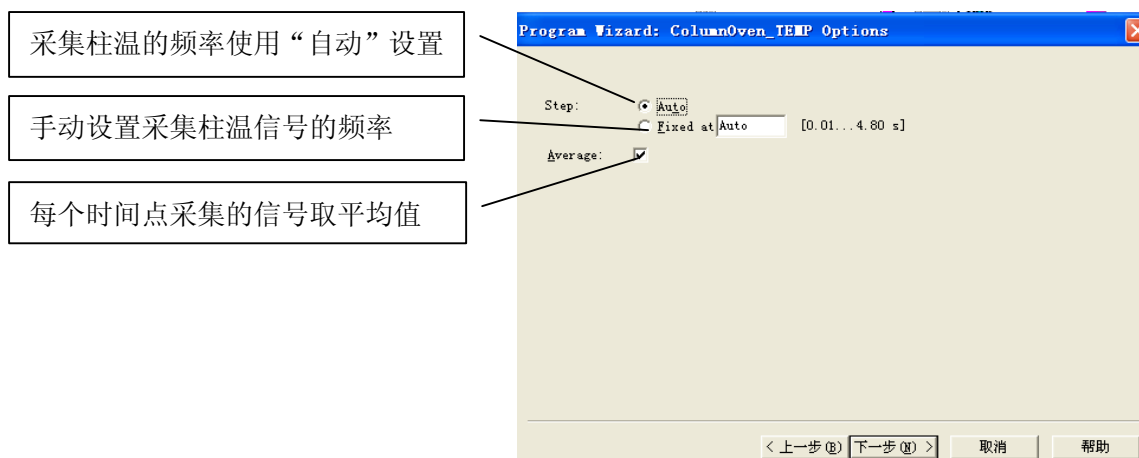
首先设定采集一个样时需要采集的时间段（Acquisition Time），也可以不从 0 分钟开始采集，也就是前面一段时间不采集信号。

2) 选择通道

在下面的方框中选中需要采集的信号。一般紫外信号“UV”是必选项，柱温箱温度信号“ColumeOven_TEMP”和泵的压力信号“Pump_Pressure”是可选项。不需要采集时则不选。

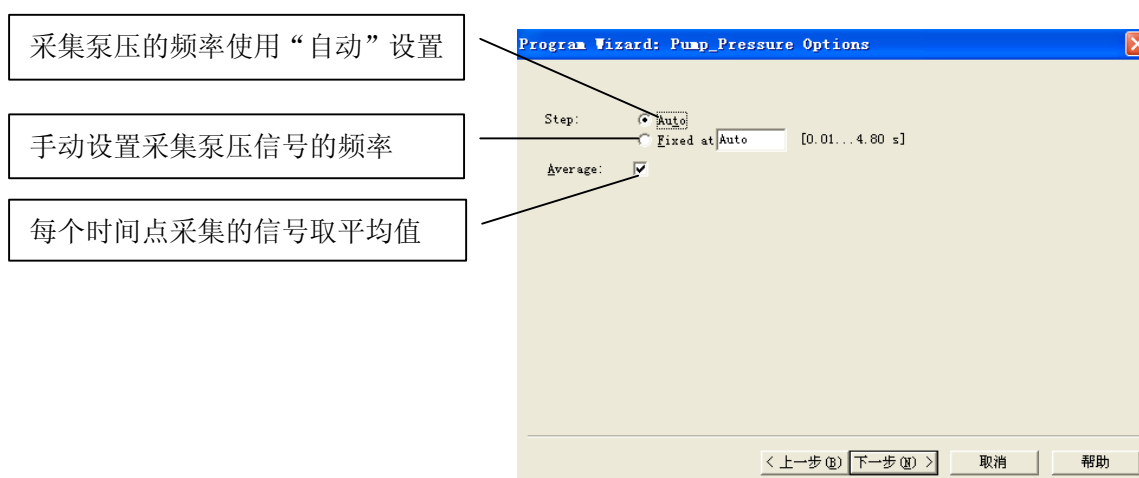
设定完成后，按“下一步”。

7、柱温箱温度采集的设置



一般采用默认设置，设定完成后，按“下一步”。

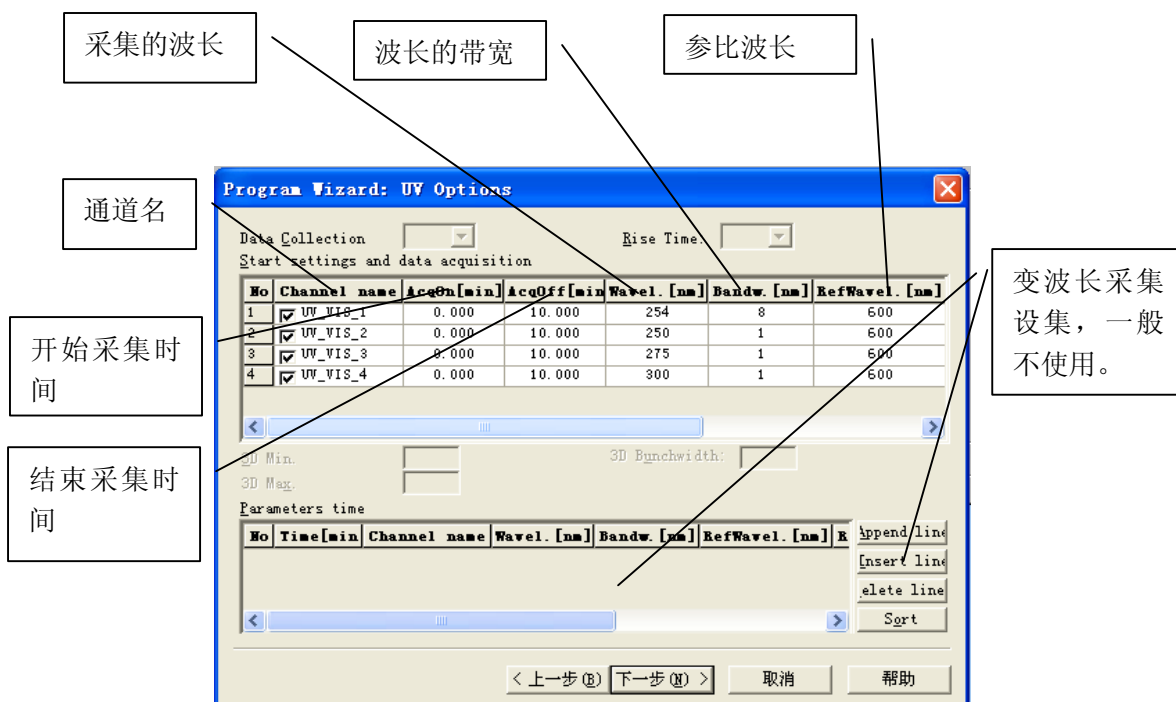
8、泵压力信号采集的设置



一般采用默认设置，设定完成后，按“下一步”。

9、紫外信号的具体设置

进行紫外信号的具体设置界面，如下图：



1) 波长

对于已知化合物最大吸收波长已知的情况下，仅采集一个通道就足够了。

如：测定苯，最大吸收波长为 254nm。则设定

Wavel.(nm):254 即设定苯的采集波长为 254 nm

2) 波长带宽

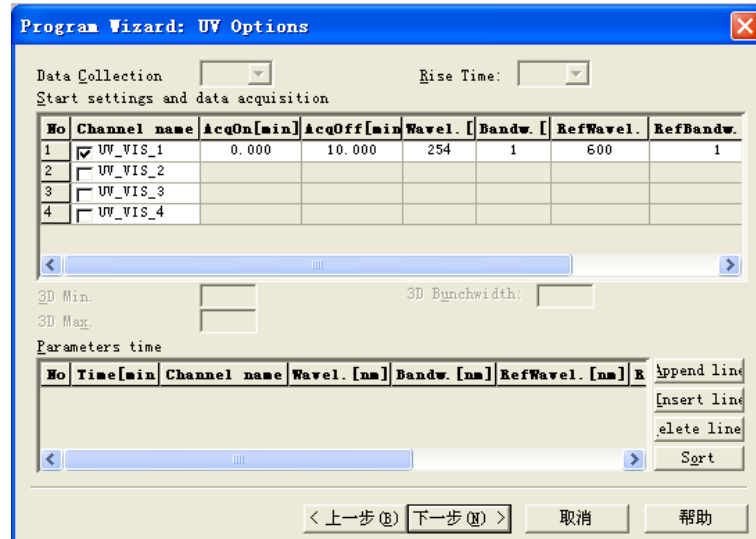
Bandw(nm):1 带宽为 1 nm 也就是采集 254 ± 0.5 nm 段的吸收值。

3) 参比波长

RefWavel.(nm):600 即设定参比波长为 600 nm

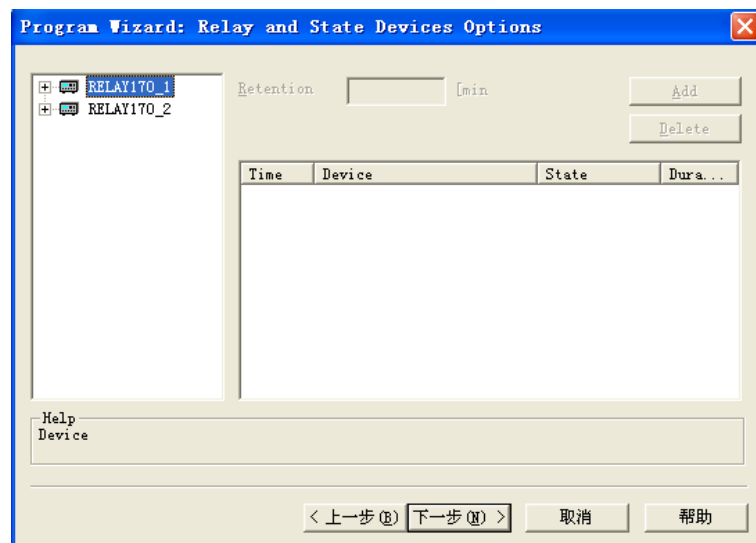
4) 参比波长带宽

RefBandw(nm):1 即设定参比波长的带宽为 1 nm，也就是采集 600 ± 0.5 nm 段的吸收值作为背景参比。



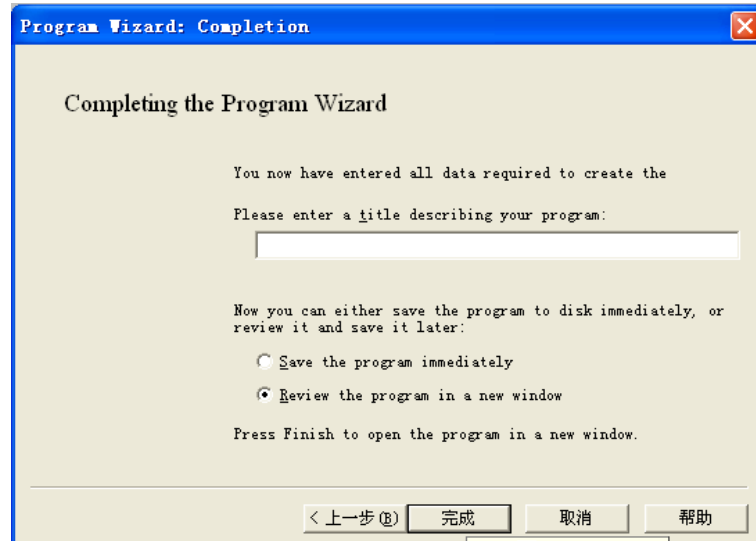
10、其它输入输出信号的设置

设定完成后，点“下一步”：为其它输入输出信号的设置，一般都没有接其它输入输出信号，所以不需要设定此项。



11、设定完成的界面

点“下一步”，则跳出一个设定完成的界面。



12、程序的保存与预览选项

1) 保存

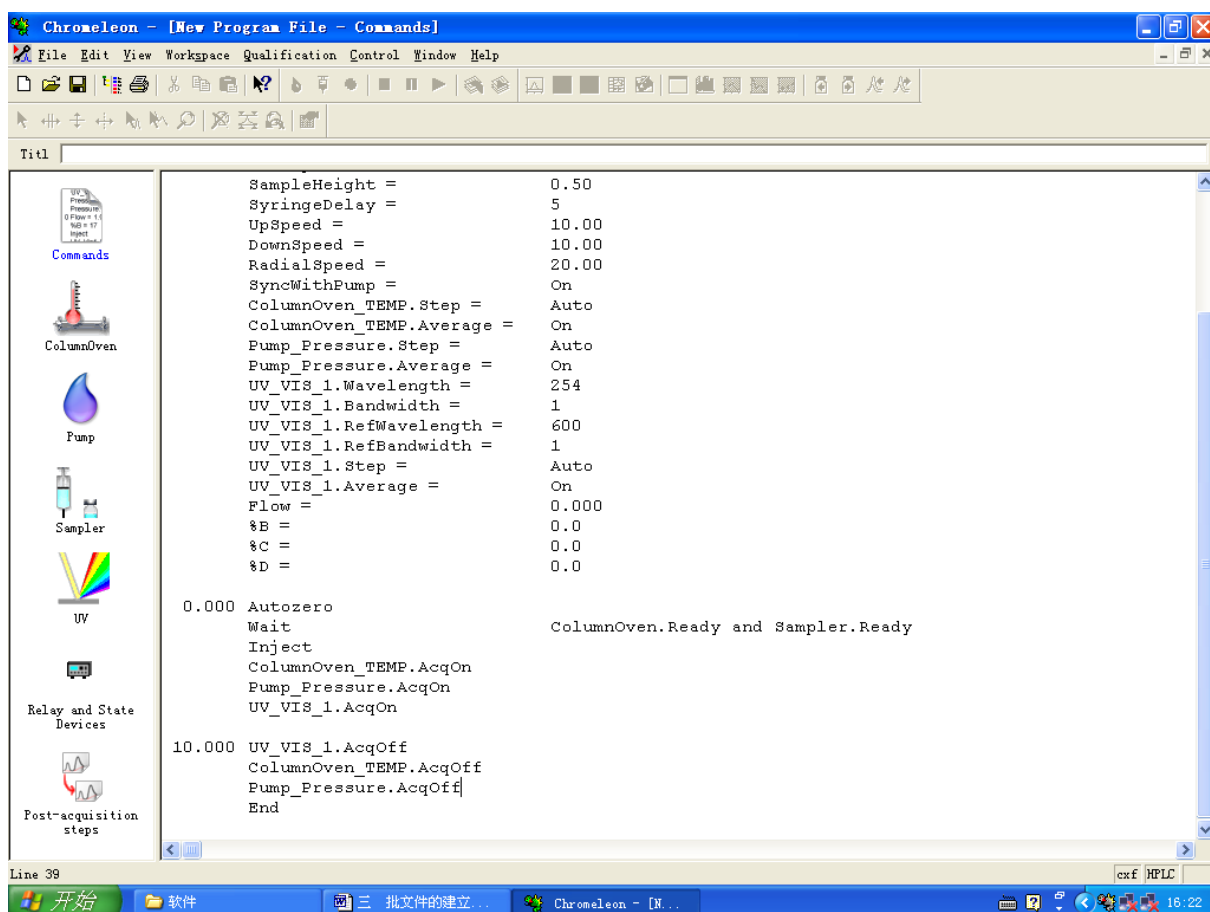
“Save the program immediately” 选中它则为立即保存刚才的设置好的程序。

2) 预览

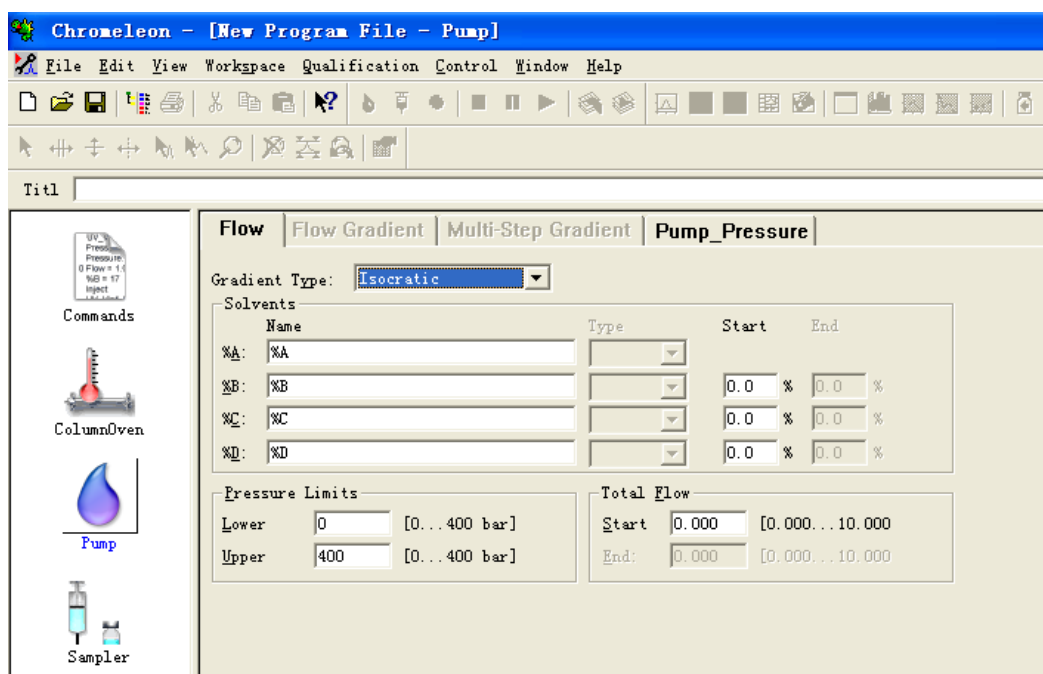
“Review the program in a new window” 选中它则为把刚才的设置预览一下后再保存。一般选后者。按下方的“完成”。

13、已设置程序的预览与修订

如下图，右边方框中为把刚才的所有设置项转化成了程序，在此项中的所有设置仍可重新修改。左边方框中对应的各个设备的比较直观的设置，更改其中的某项也同样起作用。

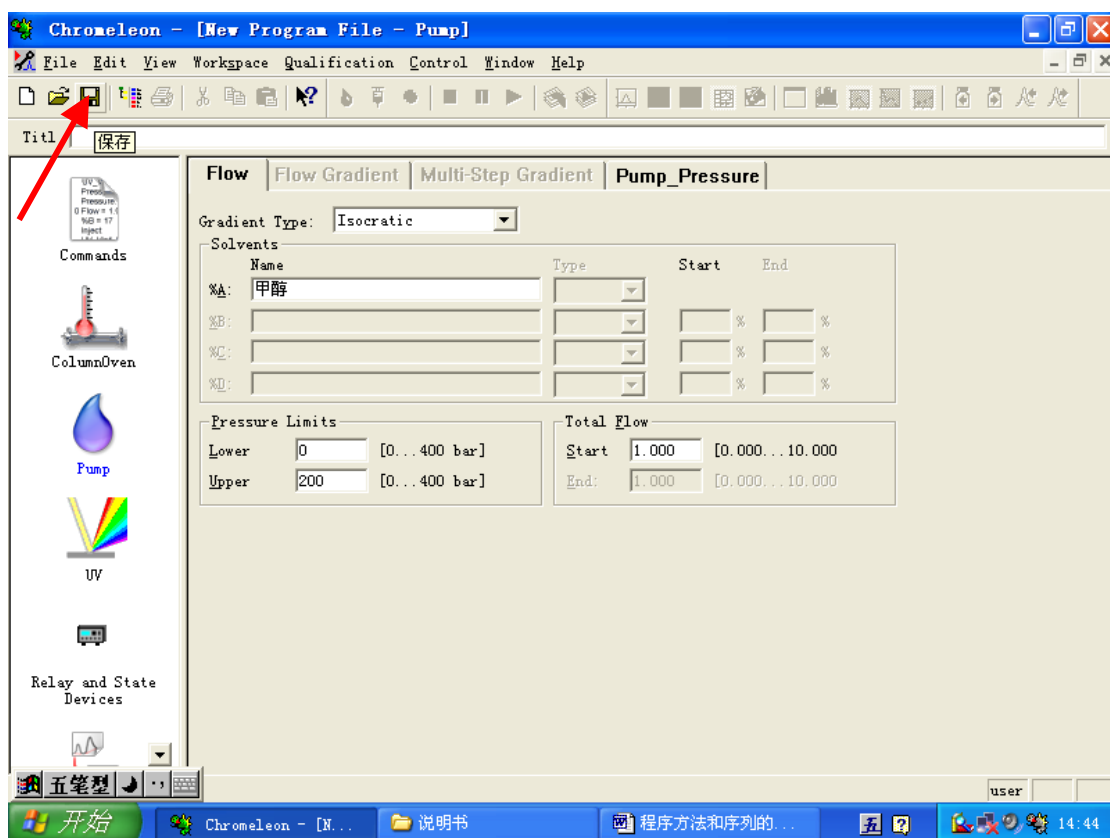


如点一下“Pump”,则右边出现如下界面，可以修改泵的流速等。



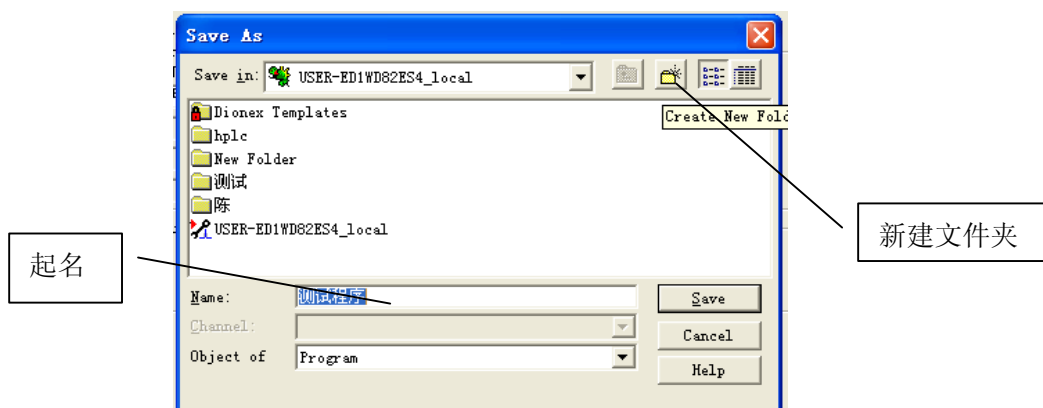
14、保存程序

设定完成后，单击工具栏中的“保存”按钮。



15、命名和保存

给新建的这个程序起一个名字，如下图。若要新建一个文件夹，可点右上方的新建文件夹，然后将这个程序文件放入其中。



设定完成后，按下方的“Save”保存。保存后可以关闭程序文件窗口。

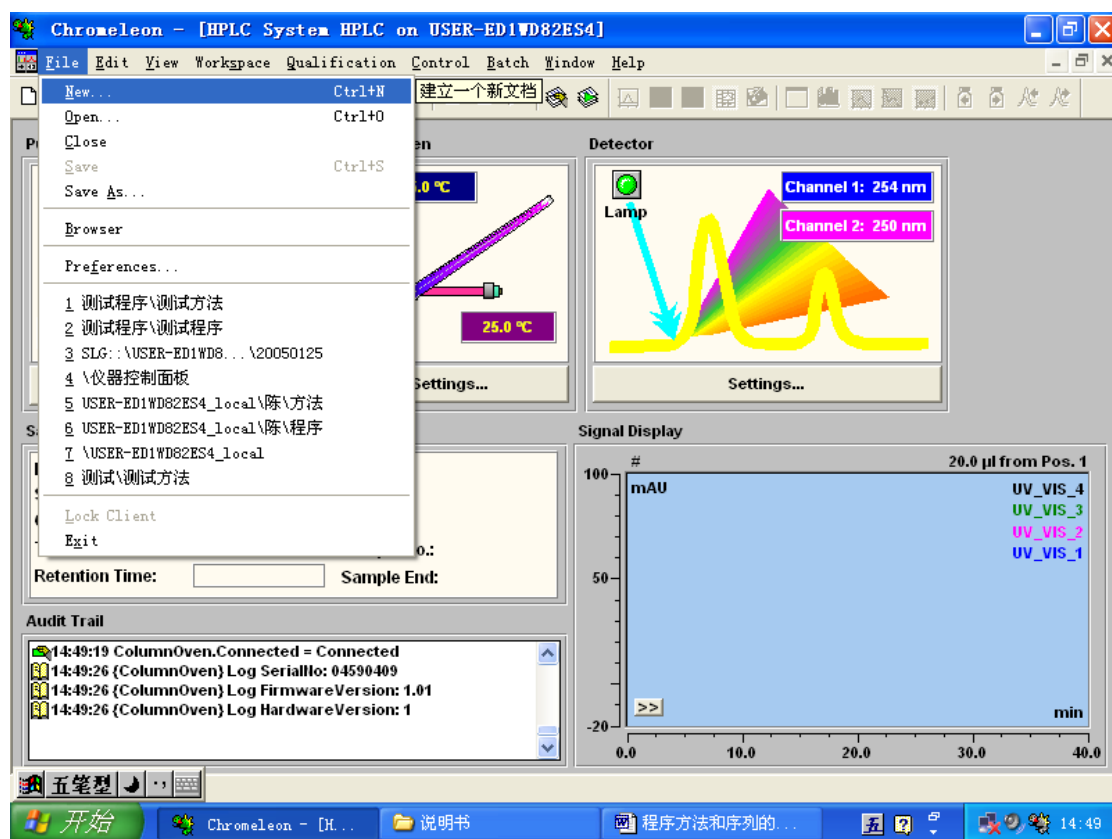
三 建立方法文件

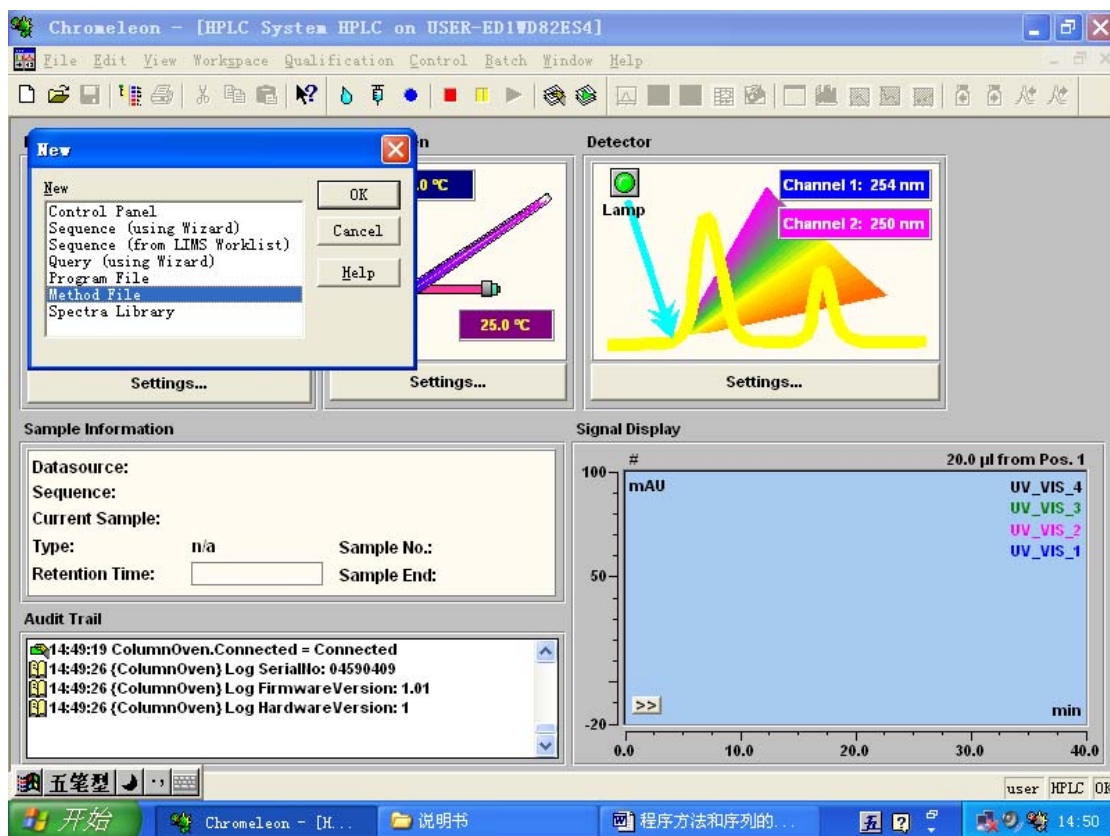
1、新建要求

方法文件是在进完样后采集到谱图进行处理数据时需要用到的，所以现在不需要做任何改动。而且，也是必须要在进样前就先建好的。不能够等谱图出来之后再去建方法文件。

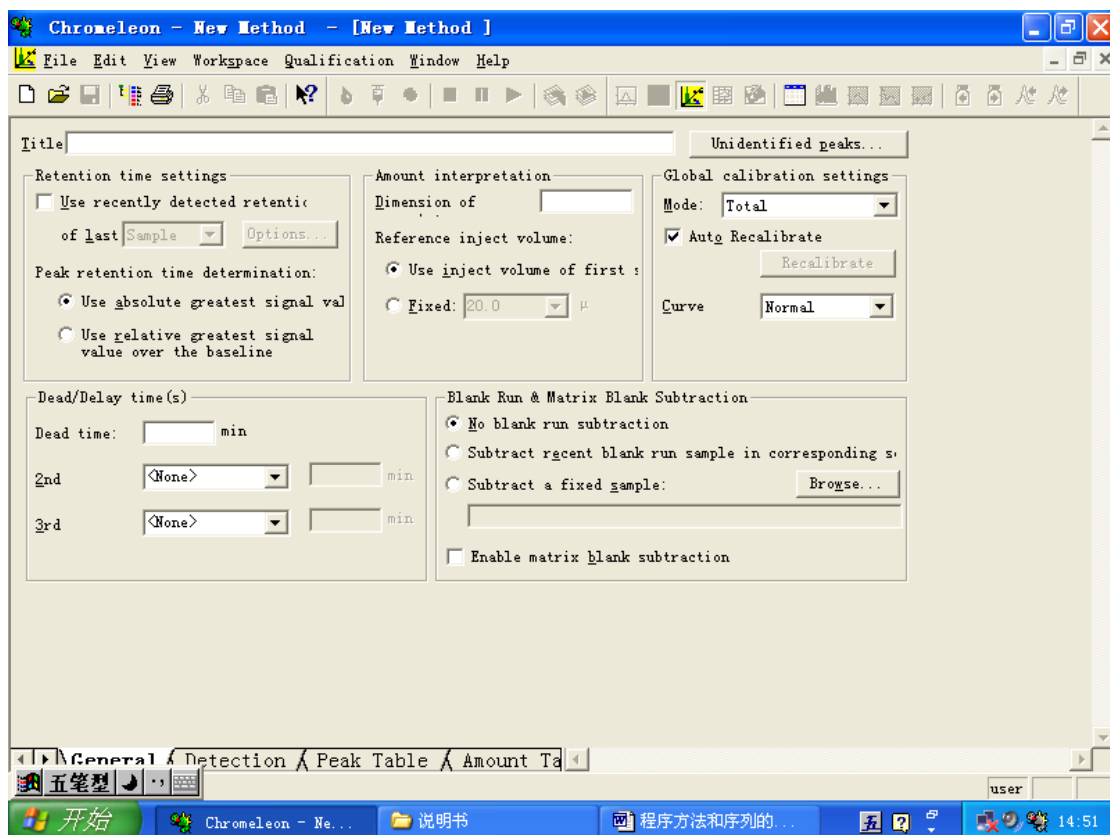
2、新建

如下图步骤，新建立一个方法文件



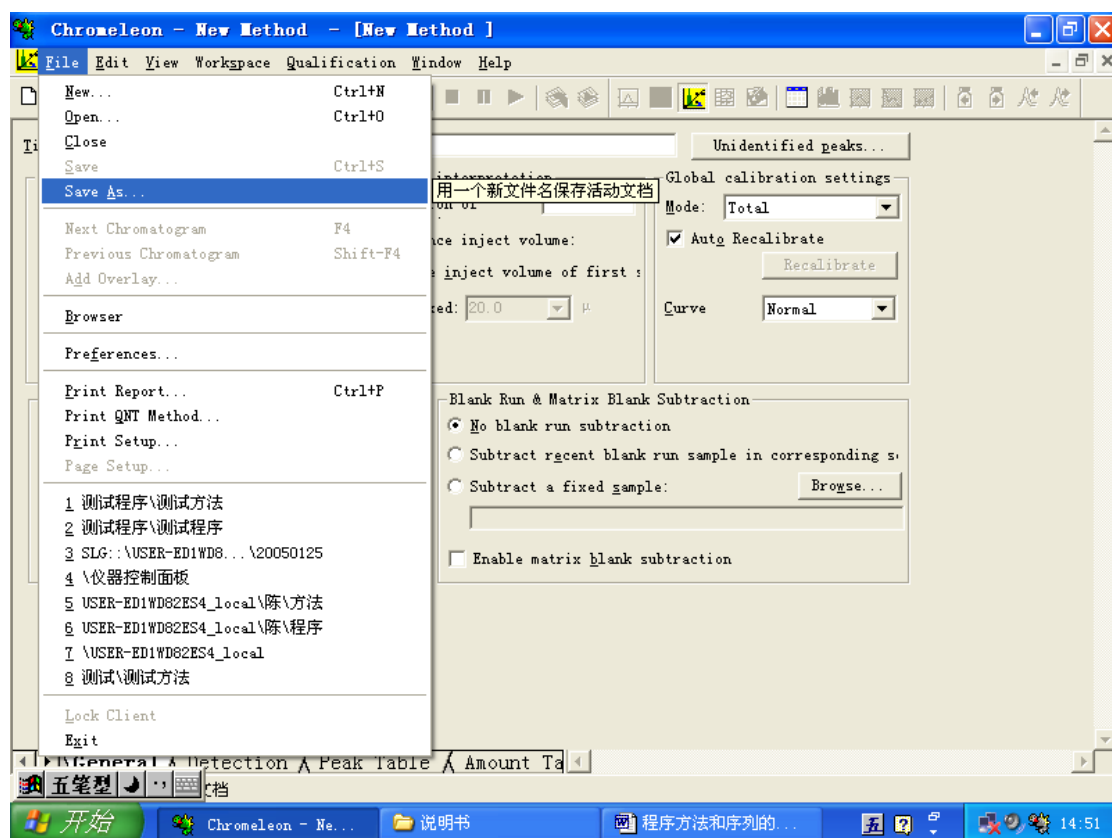


点“OK”后将会跳出如下窗口：



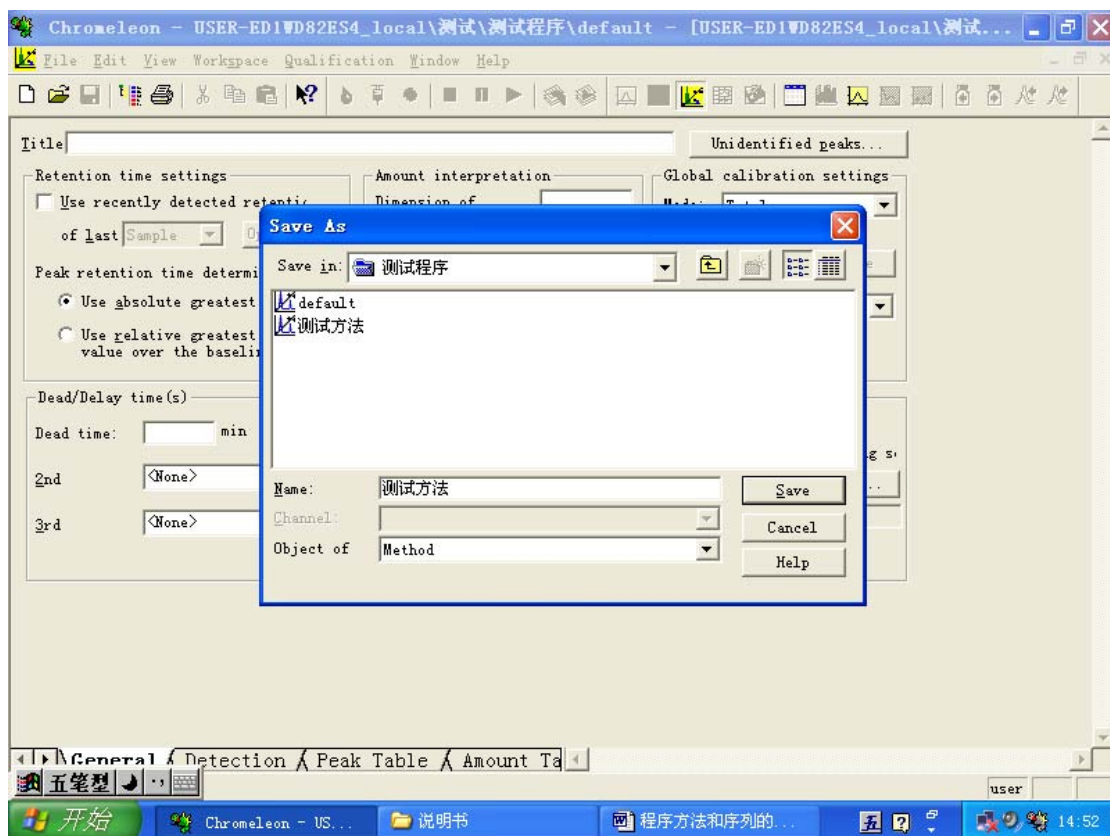
3、保存

保存方法文件（空方法文件），如下图



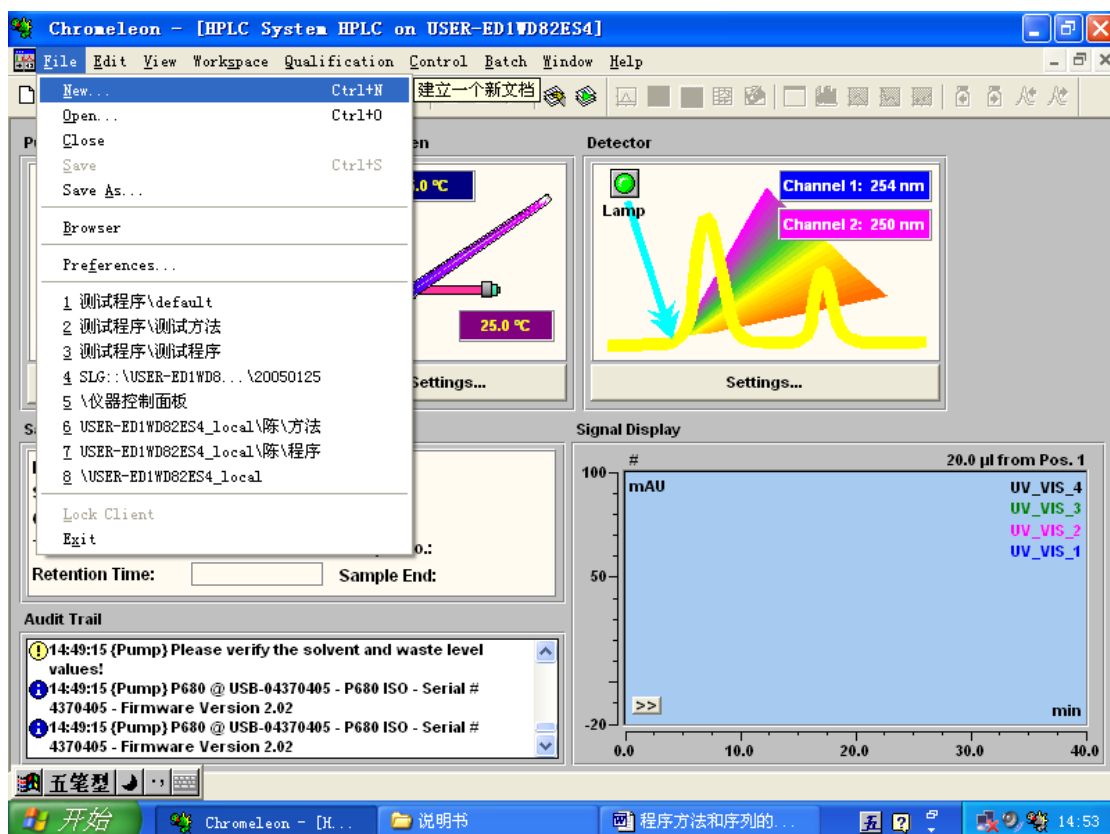
4、保存原则

最好将它和刚才建的程序文件放在同一个文件夹里。



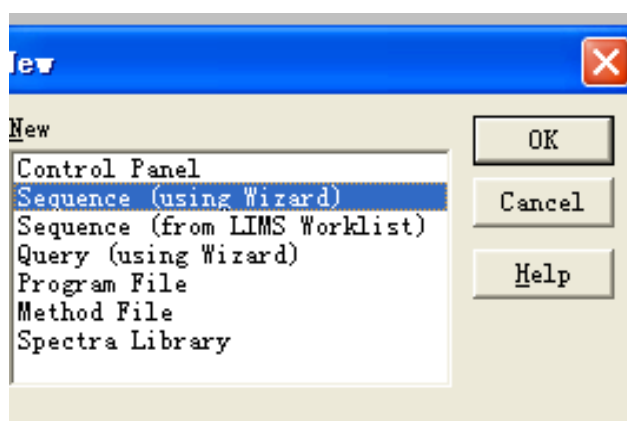
命名后即可保存。然后关闭方法文件窗口。

四 建序列文件



1、新建

选中建序列文件“Sequence (using Wizard)”后，按“OK”。

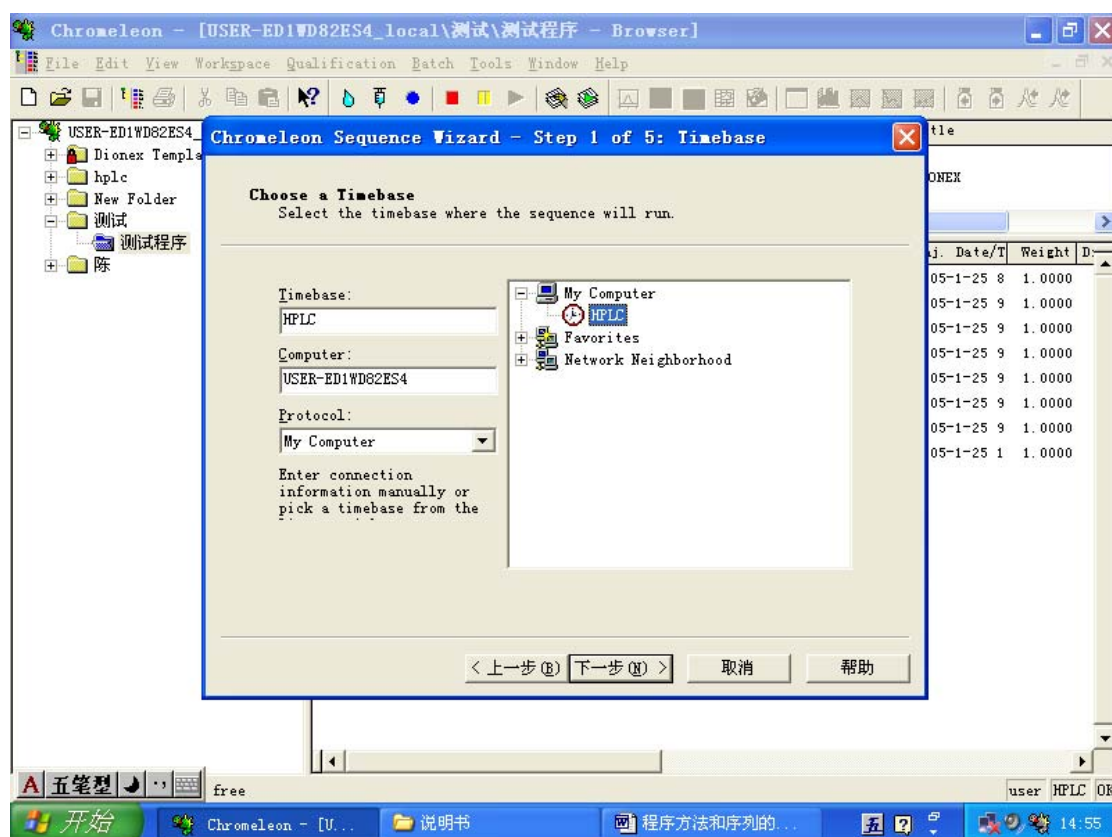


将会跳出一个窗口，提示新建一个序列文件，需要做哪些工作。



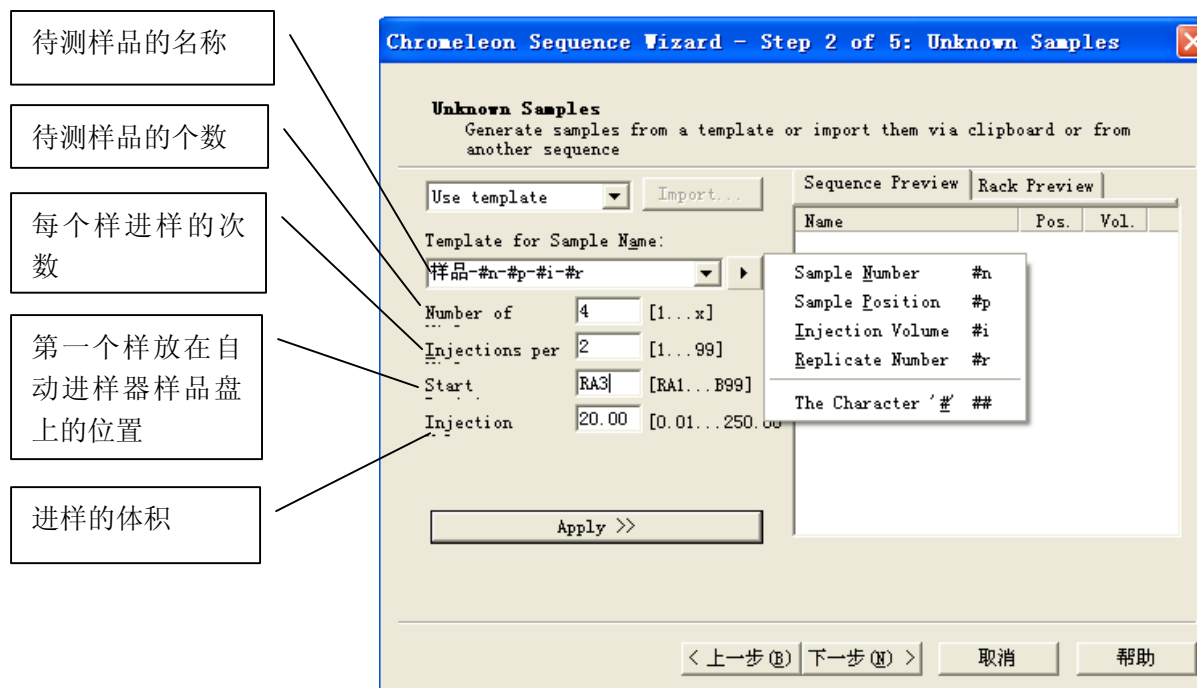
2、选中仪器名

选中仪器名“HPLC”后，



按“下一步”：

3、进行待测样品溶液的设置



如上图：进行待测样品的设置

1) 加入待测样品溶液名称

如果待测样品溶液名字一样，只是序号是按顺序递加的，可以在方框的空白处输入待测样品溶液名，并通过右边的三角箭头使用“sample Number”，让软件自动加上一个序号。

#n 按顺序加上进样的序号

#p 加入该待测样品溶液在样品盘上的位置号，手动进样阀不使用此项。

#I 加入该待测样品溶液的进样体积

#r 按顺序加入该待测样品溶液重复进样的序号

2) 加入待测样品溶液个数

Number of 为待测样品溶液的个数。

3) 加入待测样品溶液进样次数

Injection per 为每个待测样品溶液需要进样的次数

4) 设置自动进样器起始位置

Start 为第一个待测样品溶液放在自动进样器上的位置

如果是手动进样阀，则不需要作任何设置，采用默认值。

如果是自动进样器，且所测的待测样品溶液是按顺序放在自动进样器上的，则输入第一个待测样品溶液的位置，软件会自动输入以下各个待测样品溶液的位置。

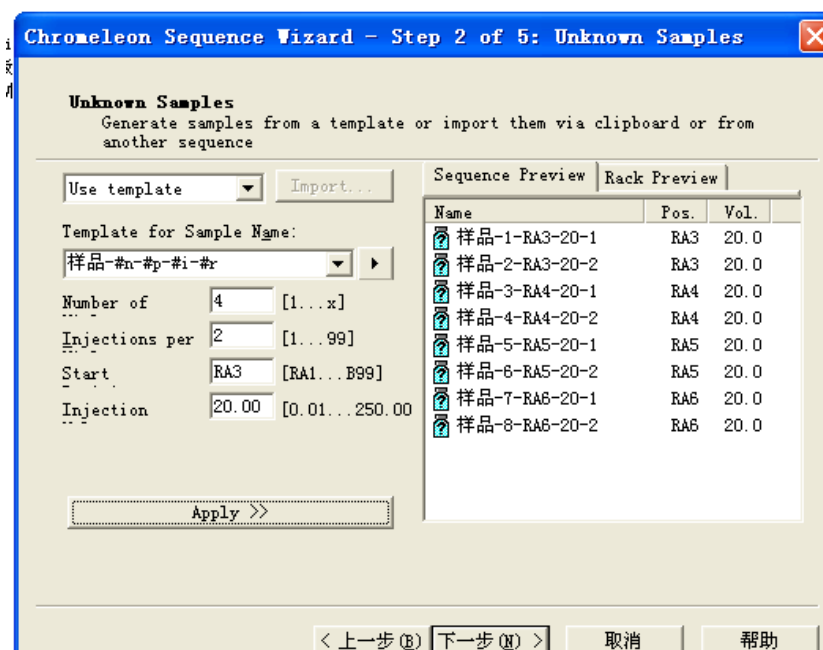
5) 设置待测样品溶液进样体积

Injection 为进样体积，手动进样阀的进样体积是固定的，如定量环为 20 μl 。

自动进样器在做线性时会使用不同的进样体积，但在此处只能输入一个体积，可以在后面的预览中更改进样体积。

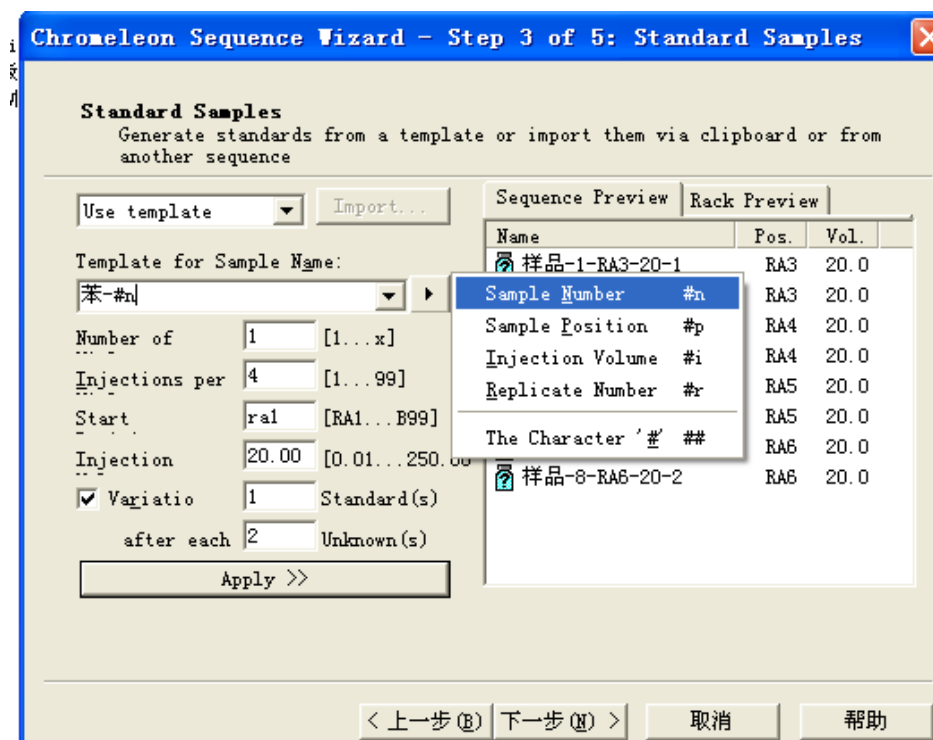
6) 确定 “Apply”

设定好后，按左下方的 “Apply” 后，可将待测样品溶液的信息在右方以列表的方式显示出来。如下图：



4、进行标准溶液的设置

按“下一步”进行标准溶液的设置：



设定方法同上：

1) 加入标准溶液名称

如果标准溶液的名字一样，只是序号是按顺序递加的，可以在方框的空白处输入标准溶液名，并通过右边的三角箭头使用“sample Number”，让软件自动加上一个序号。

#n 按顺序加上进样的序号

#p 加入该标准溶液在样品盘上的位置号，手动进样阀不使用此项。

#I 加入该标准溶液的进样体积

#r 按顺序加入该标准溶液重复进样的序号

2) 加入标准溶液个数

Number of 为标准溶液的个数。

3) 加入标准溶液进样次数

Injection per 为每个标准溶液需要进样的次数

4) 设置自动进样器起始位置

Start 为第一个标准溶液放在自动进样器上的位置

如果是手动进样阀，则不需要作任何设置，采用默认值。

如果是自动进样器，且所测的标准溶液是按顺序放在自动进样器上的，则输入第一个标准溶液的位置，软件会自动输入以下各个标准溶液的位置。

5) 设置标准溶液的进样体积

Injection 为标准溶液进样体积，手动进样阀的进样体积是固定的，如定量环为 20 μ l。

自动进样器在做线性时会使用不同的进样体积，但在此处只能输入一个

体积，可以在后面的预览中更改进样体积。

6) 间隔进样

Variatio standards after each unknown

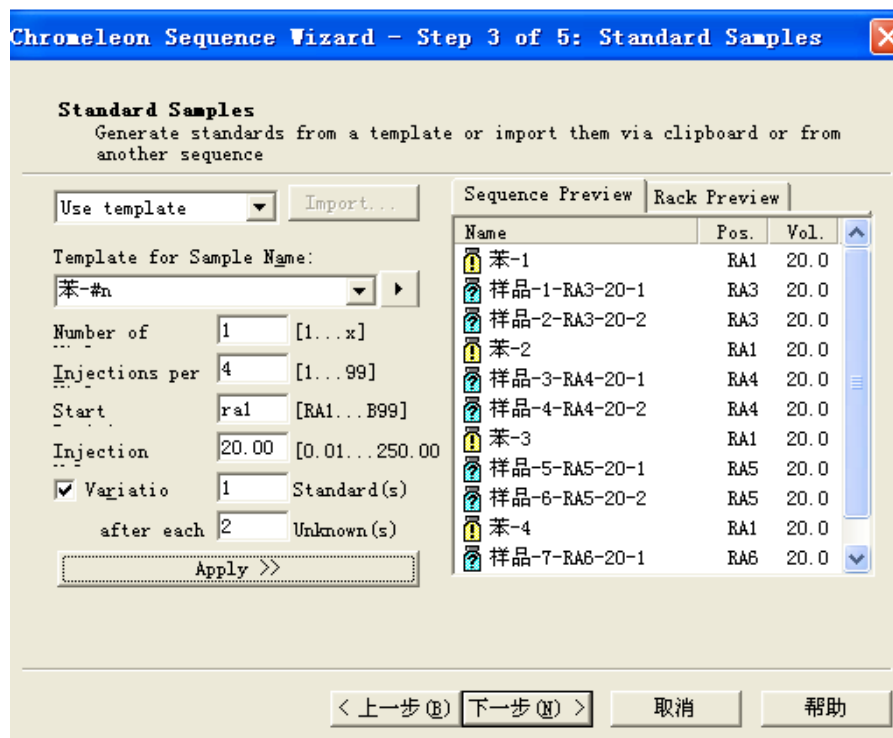
意思为每进几个标准溶液后进几个待测溶液，再进个标准溶液后进几个待测样品溶液。

有时候由于待测样品太多，花的时间较长，为了防止保留时间漂移，峰面积有变化，消除系统的误差等原因，需要采用间隔进样的方式进样。

7) 确定 “Apply”

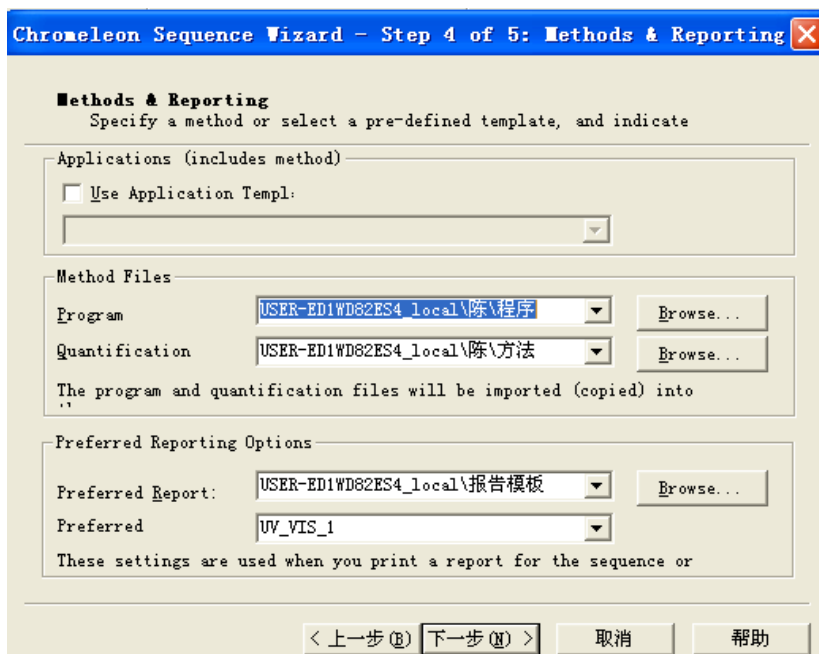
设定好后，按左下方的“Apply”后，可将所有样品溶液的信息在右方以列表的方式显示出来，且标准溶液在前，待测样品溶液在后。

分析样品时，理所当然是先进标准溶液后进待测样品溶液。但在设置时，是先设待测样品溶液，后设置标准溶液。如下图：（采用了间隔进样方式）



5、使用的程序、方法文件和报告模板的选择

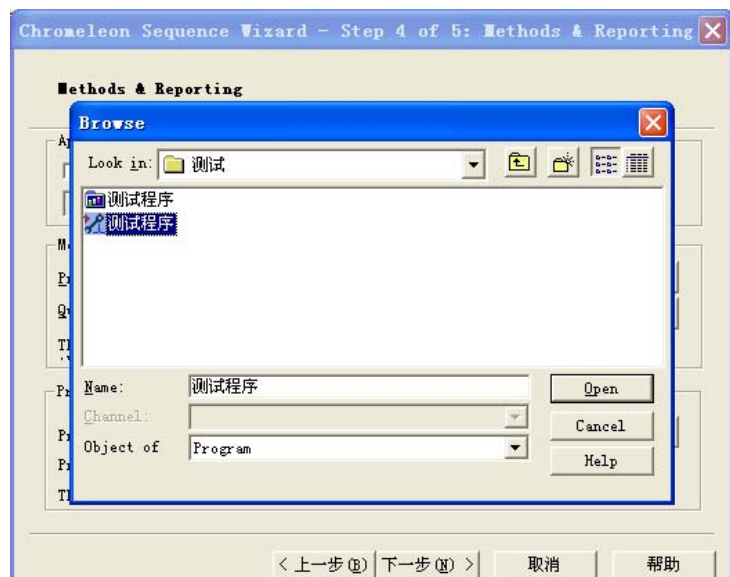
按“下一步”：进行本系列所要使用的程序、方法文件和报告模板的设置。



1) 找出程序文件所在的路径

点击“Program”后面的浏览器“Browse”，找到所要使用的程序文件所在的文件夹，如下图：如“测试”

2) 选中相应的程序文件

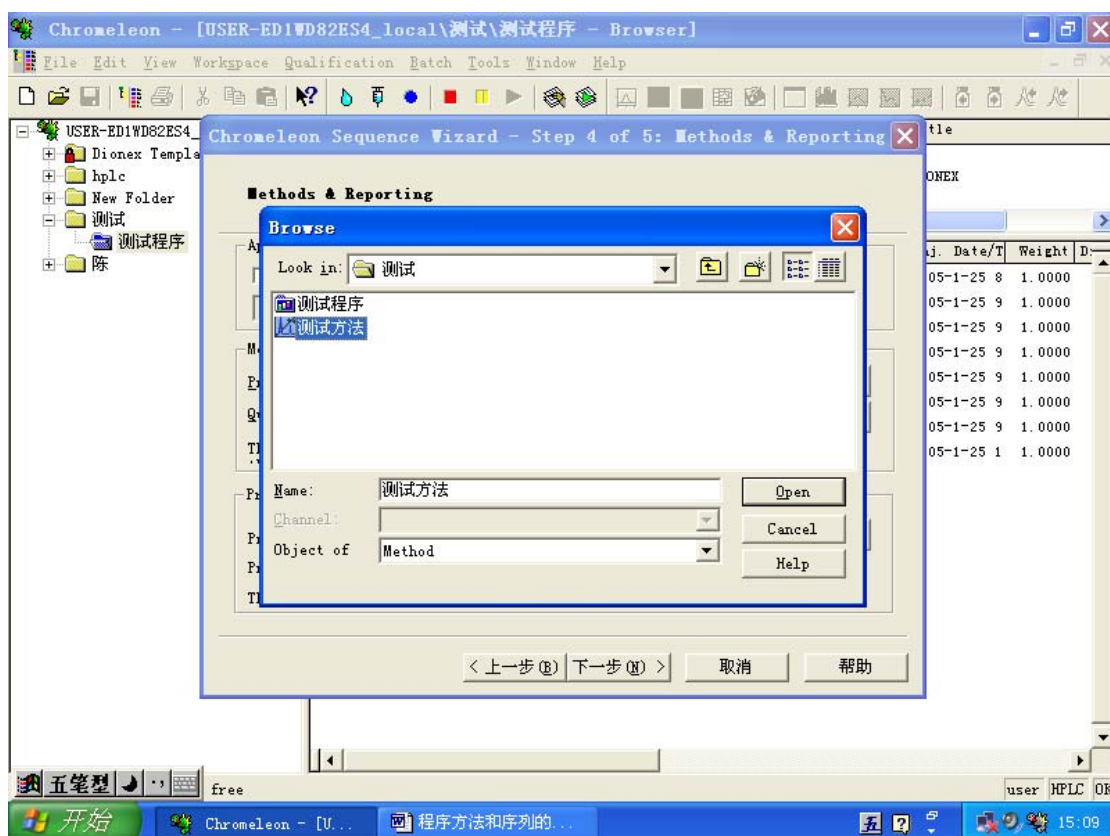


选中所要使用的程序文件（如“测试程序”）之后，按“Open”。

3) 找到方法文件及所在的路径

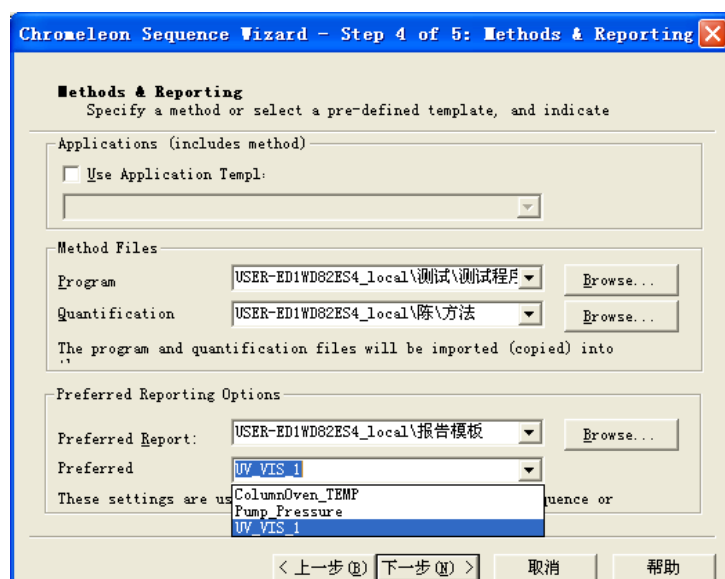
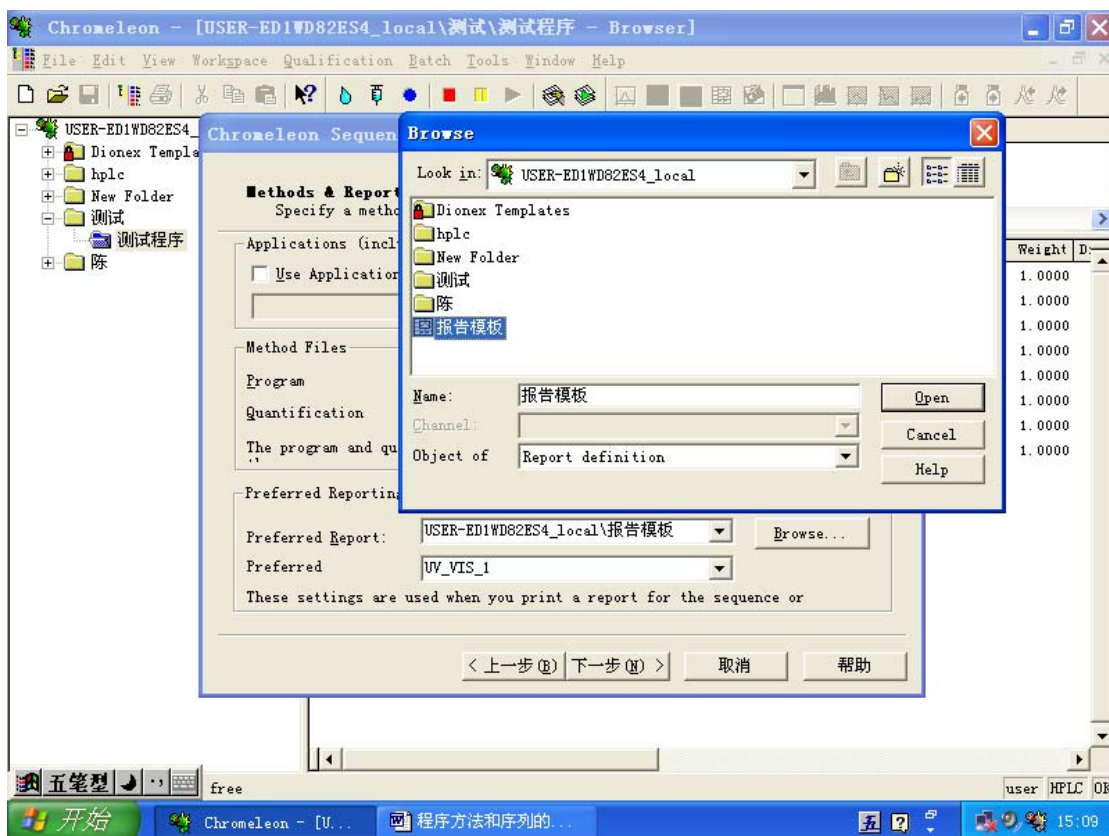
同理：点击“Quantitation”后面的“Browse”，找到所要使用的方法文件所在的文件夹，如下图：如“测试”文件夹。

选中所需要使用的方法文件（如“测试方法”）之后，按“Open”。



4) 模板位置

Preferred Reports 为最后打印报告所使用的模板。默认为根目录下的“报告模板”。一般安装仪器时工程师会将其放在根目录下不需要改动。



5) 首选的通道的设置

最先显示的通道一般为默认设置：“UV_Vis_1”。

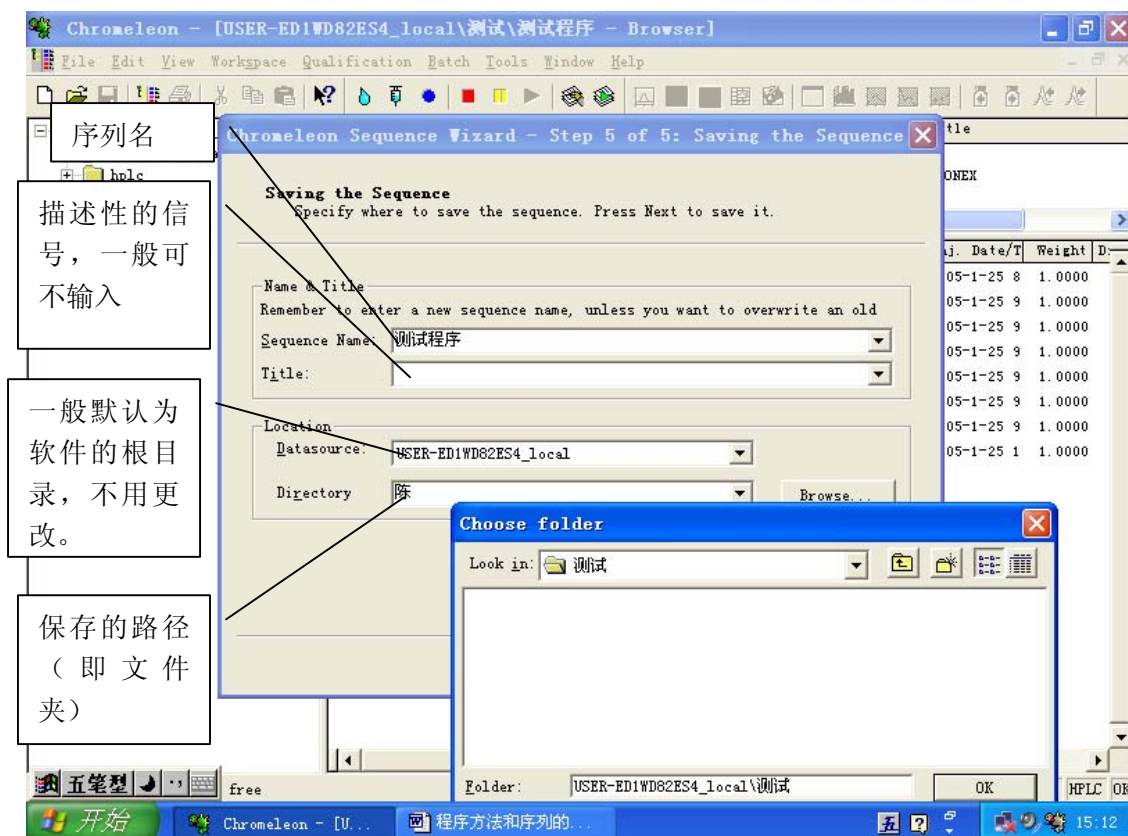
有时候同时采集了几个信号，但在软件中不会将其全部显示在同一个窗口上，只能通过方向键分别调出来。所以，必须选一个最主要的信号通道

作为最先显示的通道。

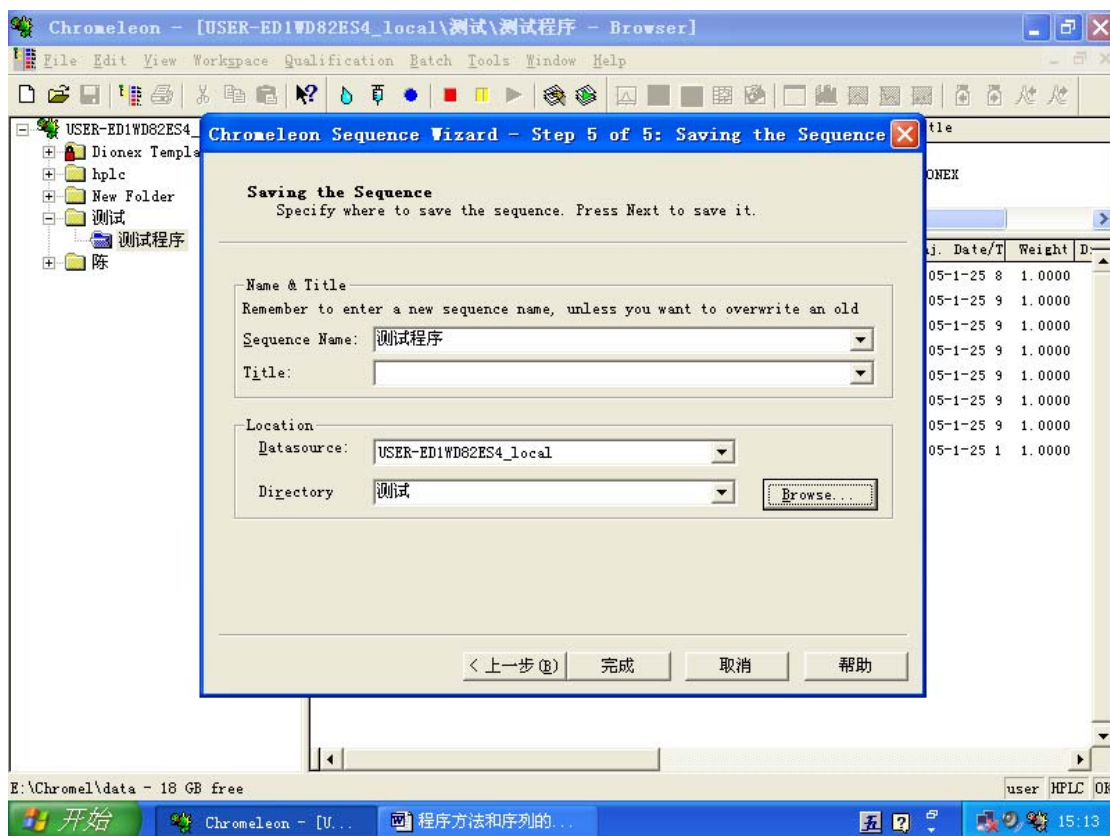
设定完成后，按“下一步”。

6 序列的命名及保存路径

命名并选择保存的路径。



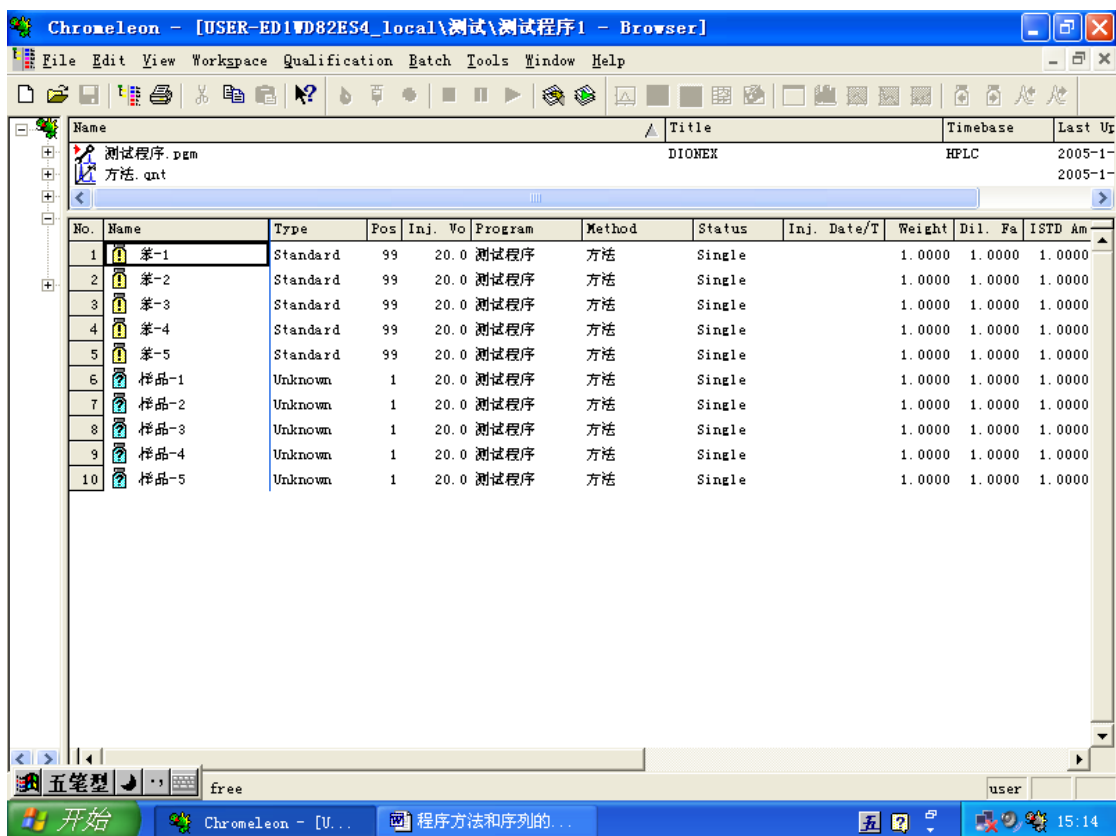
设定完成后，分别按“OK”和“完成”。如下图。



7 预览检查



点“Done”后，将以表格的方式显示刚才建立的序列文件。



1) 修改

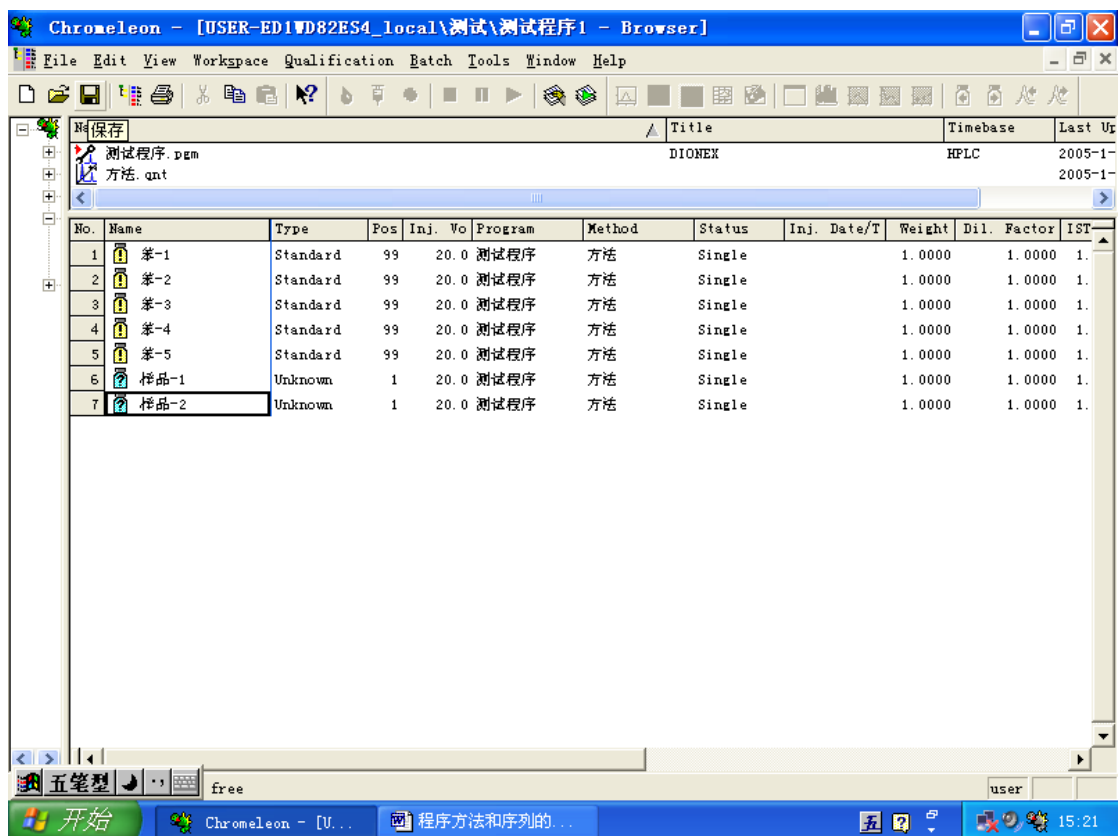
若需要重新更改标样和待测样品的名字可以在“Name”下对应的位置更改。

注：“Weight”为称样量，若待测样为固定，可将称样量输入，以方便软件自动计算含量。

“Dil.Factor”为稀释因子，是指样品的稀释倍数。

2) 保存

改动完成后，点左上方工具栏中的保存按钮。



end